

# **EXHIBIT 88**

COPIE CERTIFIÉE  
CONFORME DES DONNÉES  
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

CONFIDENTIEL

**SAMPLE N° 993855**

**REANALYSIS**

**LIST OF CONTENT**

<b>SECTION 1 : ADMINISTRATIVE PART</b>	<b>pages 1-4</b>
<u>Internal chain of custody of bottles</u>	1
<u>Internal chain of custody of aliquots</u>	4
<b>SECTION 2 : TECHNICAL PART</b>	<b>pages 5-87</b>
<u>Confirmation analysis by GC/C/IRMS</u>	5-87
1- List of performed analyses	5
2- Confirmation instruction	6
3- Method and preparative form	8
4- GC/MS analysis	27
4-1 Description of GC/MS analysis	27
4-2 GC/MS analysis data	29
- Injection sequence	29
- Positive references	30
- Negative aliquot and Sample A 993855 for each fraction	34
4-3 Data on instrument performances	46
4-4 Result form	49
5- Isotopic ratio analysis	52
5-1 Description of GC/C/IRMS analysis	52
5-2 Isotopic ratio analysis data	55
- Injection sequence	55
- Negative aliquot and Sample A 993855 for each fraction	56
5-3 Data on Instrument performances	68
5-4 Result form	86
<b>SECTION 3 : Certificate of analysis n°30208</b>	<b>pages 88</b>
<b>SECTION 4 : annexes</b>	<b>pages 89-90</b>

<b>a f l d</b> Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-CE-01 Version : E Date : 21/03/2007 1/2
<b>FORMULAIRE DE TRAITEMENT DE L'ECHANTILLON LORS D'UNE ANALYSE DE CONTROLE</b>		

Date de l'analyse de contrôle : 16/04/2007

~~Demande :~~ USA DA

Demande faite par : USA DA

N° d'échantillon concerné : A 993 855

Nature du milieu biologique : URINE

COPIE CERTIFIÉE  
CONFORME DES DONNÉES  
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

~~Identification des personnes présentes pour l'analyse de contrôle :~~

	Laboratoire		Témoïn indépendant	Expert	USADA Autres
Nom :	Cerime Buisson	Nangongu Lyndea			Polain A
Signature :					

~~Chaîne de détention interne :~~

Lieu de déstockage : Chambre froide  Congélateur  n° : 5

Conditions de stockage : -80°C  -20°C  +4°C

Destockage des flacons : A  B

Date : 16/04/2007 Heure : 9 h 30 Opérateur : 49/10

~~Vérification de l'identification :~~

Système : Versapak  Berlinger  Autre  N° : A 993 855

Conformité par rapport au procès verbal de contrôle antidopage : Oui  Non

Intégrité des scellés : Oui  Non

Validation de la conformité de l'échantillon (Signatures) :

Laboratoire	Témoïn indépendant	Expert	USADA Autres
			Polain A

<b>a f l d</b> Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-CE-01 Version : E Date : 21/03/2007 2/2
<b>FORMULAIRE DE TRAITEMENT DE L'ECHANTILLON LORS D'UNE ANALYSE DE CONTROLE</b>		

**Ouverture du scelle :**

Date : 16 / 04 / 2007    Heure : 11 h 12    Opérateur : 49

Localisation : salle n° 004

N° du flacon : A 993 855

Volume : 40 mL

(si le milieu est congelé attendre sa décongélation pour mesurer le volume)

COPIE CERTIFIÉE  
CONFORME DES DONNÉES  
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

**Validation de l'ouverture du scellé (Signatures) :**

Laboratoire	Témoin indépendant	Expert	Autre USA/D
<i>[Signature]</i>	<i>[Signature]</i>	<i>[Signature]</i>	<i>[Signature]</i>

**Remise sous scelle :**

Oui  Non

Date : ...../...../.....    Heure : ..... h.....    Opérateur: .....

Système : Versapak  Berlinger  Autre  .....

N° de flacon : .....    N° de scellé : .....

Volume restant : .....

Lieu de stockage    Chambre froide     Congélateur     n°.....

Conditions de stockage    -80°C     -20°C     +4°C

**Stockage de la remis sous scellé**

Date : ...../...../.....    Heure : ..... h.....    Opérateur : .....

**Validation de la remise sous scellé (Signatures) :**

Laboratoire	Témoin indépendant	Expert	Autre

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier analytique de la contre expertise.

2

<b>a f l d</b> Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-05 A Version : C Date : 17/10/2006 1/1
<b>TRACABILITE DES FLACONS A ET B</b>		

N° de Série :

**Réception et Stockage avant enregistrement (si nécessaire):**

Réception par	Date et Heure	Stockage	Heure

**Stockage après enregistrement :**

Flacons	Entreposés par	Date et Heure	Lieu

**Chaîne de possession des flacons A:**

**Echantillon A 993855**

Date	Code opérateur	Localisation	Raison du transfert
16/04/2007 09h30	49/10	CH-FR.5 (-20°C)	Déstockage pour renumérotation
16/04/2007 11h10	49	Salle 004 (ambient)	Ouverture des scellés
16/04/2007 11h15	49	Salle 004 (ambient)	Mise en tube pour confirmation IRMS (EC31)

**Chaîne de possession des flacons B:**

**Echantillon**

Date	Code opérateur	Localisation	Raison du transfert

*Cet enregistrement est à conserver dans le dossier de la série s'il n'y a pas de positif ou dans le dossier positif.*

3

<b>a f l d</b> Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-05B Version : C Date : 17/10/2006 1/1
<b>TRACABILITE DES ALIQUOTES A ET B</b>		

N° de Série :

Chaîne de possession des aliquotes A:

Echantillon A 993855

Date	Aliquote(s)	Code opérateur	Etape	Remarques
16/04/2007 11h30	Aliquote EC31	49	Préparation jusqu'à acétylation	Confirmation IRMS(EC31)
17/04/2007 9h20	Aliquote EC31	49	Fin de préparation	
17/04/2007 18h09	Aliquote EC31 (3 fractions)	49	Analyse GC/MS sur MSD22	
18/04/2007 11h45	Aliquote EC31 (3 fractions)	49	Reprise pour analyses IRMS	
18/04/2007 13h02	Aliquote EC31 (3 fractions)	49	Analyse GC/C/IRMS sur ISOPRIME 2	Fraction 3 diluée non exploitée pour conclure
18/04/2007 13h55	Aliquote EC31 (Fraction 3 concentrée)	49	Analyse GC/C/IRMS sur ISOPRIME 2	<b>Origine exogène des métabolites de la Testostérone</b>

Chaîne de possession des aliquotes B:

Echantillon

Date	Aliquote(s)	Code opérateur	Etape	Remarques

Cet enregistrement est à conserver dans le dossier de la série s'il n'y a pas de positif ou dans le dossier positif.

4





LNDD	ENREGISTREMENT	Code : E-RECAP-01 Version : J Date : 09/06/2006
<b>FICHE RECAPITULATIVE DES ANALYSES PRESENTEES</b>		
<b>ECHANTILLON</b>		
N° de laboratoire :	<input type="text"/>	N° échantillon : <input type="text" value="993855"/>
Produit(s) confirmé(s) :	<input type="text" value="Analyse isotopique 13C/14C"/>	
pH mesuré en conf :	<input type="text" value="5,3"/>	Densité affichée en conf : <input type="text" value="1,028"/>
		Réfractomètre n° : <input type="text" value="2"/>
		* Densité corrigée : <input type="text" value="1,031"/>
<b>CONFIRMATION QUANTITATIVE</b>		
Essai n° :	<input type="text" value="EC 31"/>	
Mode opératoire de préparation :	<input type="text" value="M-EX- 24"/>	Version : <input type="text" value="C"/>
Mode opératoire d'analyse :	<input type="text" value="M-AN- 41   52"/>	Version : <input type="text" value="B1A"/>
CG/SM (SCAN) <input checked="" type="checkbox"/>	CG/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CG/SM2 <input type="checkbox"/>
CG/SM3 <input type="checkbox"/>	CL/SM <input type="checkbox"/>	CL/SM2 <input type="checkbox"/>
CL/SM3 <input type="checkbox"/>	CL/UV <input type="checkbox"/>	IMM <input type="checkbox"/>
EPO <input type="checkbox"/>	CG/C/IRMS <input checked="" type="checkbox"/>	Cytométrie <input type="checkbox"/>
<b>CONFIRMATION SEMI QUANTITATIVE</b>		
Essai n° :	<input type="text" value="EC"/>	
Mode opératoire de préparation :	<input type="text" value="M-EX-"/>	Version : <input type="text"/>
Mode opératoire d'analyse :	<input type="text" value="M-AN-"/>	Version : <input type="text"/>
CG/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CG/SM (SCAN) <input type="checkbox"/>	
CL/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CL/SM2 <input type="checkbox"/>	CL/SM3 <input type="checkbox"/>
CL/UV <input type="checkbox"/>	Concentration estimée : <input type="text"/>	
	* Concentration corrigée : <input type="text"/>	
<b>CONFIRMATION QUANTITATIVE</b>		
Essai n° :	<input type="text"/>	
Mode opératoire de préparation :	<input type="text"/>	Version : <input type="text"/>
Mode opératoire d'analyse :	<input type="text" value="M-AN-"/>	Version : <input type="text"/>
CG/TSD <input type="checkbox"/>	CG/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CG/SM (SCAN) <input type="checkbox"/>
IMM <input type="checkbox"/>	Concentration mesurée : <input type="text"/>	
	* Seuil corrigé : <input type="text"/>	
<b>DEPISTAGE RAPIDE</b>		
ES02 -BBS (CG-SM) <input type="checkbox"/>	ES08 -HES (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES06 - IMM <input type="checkbox"/>
ES02C -EPH (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES08B -PS <input type="checkbox"/>	ES07 -EPO <input type="checkbox"/>
ES03 -CD (CL/SM) <input type="checkbox"/>	ES03B -LCH (CL/SM/SM) <input type="checkbox"/>	ESS01 -HBOCs <input type="checkbox"/>
ES04 -H (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES05 -MS2 (CG/SM/SM) <input type="checkbox"/>	ESS02 - TS <input type="checkbox"/>
ES03C -LCH (CL/SM) <input type="checkbox"/>		
Code opérateur de l'analyste : <input type="text" value="49"/>	Code opérateur du responsable : <input type="text" value="10"/>	
Date et paraphe : <input type="text" value="19/04/07"/>	Date et paraphe : <input type="text" value="19/04/07"/>	
Hors portée d'accréditation : <input type="checkbox"/>		<b>5</b>
Raison ou numéro d'écart de la déclaration en hors portée :		

*Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation*

\* à remplir par le responsable

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-CONF-31 Version : D Date : 17/01/2006 1 / 2
<b>CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

Appareil utilisable : ISOPRIME MICROMASS - GV INSTRUMENT

Mode opératoire d'extraction : M-EX-24

APPLICABLE le

19 JAN. 2006

Mode opératoire de préparation du Mix Acétate: M-EXMix-05

Mode opératoire d'analyse: - GC/MS: M-AN-52

- GC/C/IRMS: M-AN-41

ASSURANCE QUALITÉ  
LNDD

L'analyse GC/MS doit être effectuée avant l'analyse GC/C/IRMS

Mode opératoire de dépouillement : - GC/MS: M-RDP-05

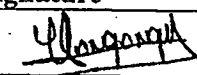
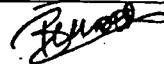

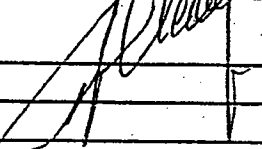
- GC/C/IRMS: M-DP-31

**CONFIDENTIEL**

Dépouiller l'analyse GC/MS avant d'effectuer l'analyse GC/C/IRMS

Traiter simultanément : un blanc urinaire  
un aliquot échantillon

<b>LNDD</b>	<b>INSTRUCTION</b>	Codification : I-CONF-31 Version : D Date : 17/01/2006 2 / 2
<b>CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	13/01/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	16/01/2006	
vérifié par	Aurélien LAURENT	17/01/2006	
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	17/01/2006	

<b>EVOLUTIONS</b>
-------------------

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	03/06/2002
A	Acceptation du projet passage en version A	31/10/2002
B	Révision biennale	24/01/2005
C	Ajout d'une extraction sur Gilson	28/10/2005
D	Ajout de la préparation du mix acétate (M-EXMIX-05). Ajout de M-RDP-05.	17/01/2006

**CONFIDENTIEL**

7

<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATOIRE</b>	Codification : M-EX -24 Version : C Date : 17/01/2006 1 / 4
<b>METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/CI/RMS</b>		

*Documents utilisés : E-TE-03C, I-VOL-01, I-EX-06, I-EX-07, I-EX-08 et I-TRAC-03C*

Remplir la fiche de préparation - confirmation / contre expertise en CPG/C/SMRI E-TE-03C

**Opérations**

**Matériel**

**Réactifs et produits**

Prise d'essai selon I-VOL-01  
8 ml maximum par tube

Tubes Kimble 16x100 mm  
Pipette Biohit 1-5ml  
Cônes Biohit

APPLICABLE le

19 JAN. 2006

Centrifugation 5 minutes

Centrifugeuse 4000 tr/min

Transvaser le surnageant dans tube  
préalablement identifiés  
(cf I-TRAC-03C)

Tubes Kimble 16x100 mm  
Pipette Pasteur

Extraire sur SPE Rapid Trace  
selon I-EX-06

Cartouches Bond Elut C18 500mg  
Tubes Kimbles 16x100 mm

ASSURANCE QUALITÉ  
LNDD

Evaporation à sec

Bain à sec à 60°C

Azote

Ajouter 1.5 ml de tampon phosphate  
pH = 6.5

Dispensette

Tampon Phosphate pH = 6.5  
Chambre froide à +4°C (cf M-P-05)

Agiter jusqu'à dissolution complète

Vortex

Ajouter 2 gouttes de  
β-glucuronidase

Compte goutte

β-glucuronidase  
Chambre froide à +4°C

Boucher et agiter 1 seconde

Bouchons Zymarek  
Vortex

**CONFIDENTIEL**

Hydrolyser 1h00 à 55°C

Etuve

Centrifugation 5 minutes

Centrifugeuse 4000 tr/min

Transvaser le surnageant dans  
tubes préalablement identifiés  
(cf I-TRAC-03C)

Tubes Kimble 16x100 mm  
Pipette Pasteur

Extraire sur SPE Rapid Trace  
selon I-EX-07

Cartouches Bond Elut C18 200mg  
Tubes Kimble 13x100 mm

Evaporation à sec

Bain à sec à 60°C

Azote

8

<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATOIRE</b>	Codification : M-EX -24 Version : C Date :17/01/2006 2 / 4
<b>METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

Opérations

Matériel

Réactifs et produits

Dissoudre et réunir dans un tube les extraits du même échantillon : Mettre de côté un tube sec Ajouter 500 µl d'acétonitrile dans les autres tubes et agiter 10s avant de les transvaser dans le tube sec	Pipettman de 1 ml Pipette pasteur Vortex	Acétonitrile
Rincer les tubes transvasés avec 500µl d'acétonitrile	Pipettman de 1 ml Pipette pasteur	Acétonitrile
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Ajouter 50 µl de pyridine Ajouter 50 µl d'anhydride acétique	Pipettman de 50 µl - Cônes Greiner Vortex	Pyridine desséchée Anhydride acétique > 99%
Reprendre par rotation légère du tube en position quasi horizontale Agiter 5 secondes et boucher	Vortex	
Dériver le tube bien fermé 1h00 à 60°C ou laisser une nuit à température ambiante	Bain à sec à 60°C ou Portoir à tubes sous hotte	
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Ajouter 1 ml d'acétonitrile Agiter 10 secondes Ajouter 1 ml d'eau ultrapure Agiter 10 secondes	Pipette Biohit 1-5 ml Cônes Biohit Vortex	Acétonitrile Eau ultrapure
Extraire sur SPE Rapid Trace selon I-EX-08	Cartouches Baker C18 500 mg Tubes kimble 13x100 mm	
Evaporation à sec des fractions F1 (environ 2h00) F2 (environ 1h30) F3 (environ 45min)	Bain à sec à 80°C	Azote

**CONFIDENTIEL**

9

<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATOIRE</b>	Codification : M-EX -24 Version : C Date : 17/01/2006 3 / 4
<b>METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/CIRMS</b>		

### Traitement des fractions F1, F2 et F3

#### Opérations

#### Matériel

#### Réactifs et produits

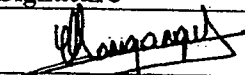

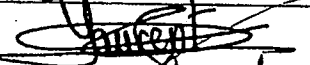
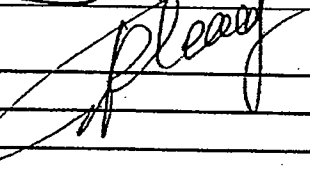
Ajouter le SI selon I-VOL-01	Seringue Hamilton de 50 µl ou de 100 µl selon le volume ajouté	Androstanol acétate H67 200 ng/µl
Ajouter 200 µl d'acétonitrile	Pipettman réglable de 200 µl Cônes Greiner	Acétonitrile
Reprendre par rotation légère du tube en position quasi horizontale		
Centrifugation 5 minutes	Centrifugeuse 4000 tr/min	
Transférer dans les vials préalablement identifiés selon I-TRAC-03C	Vials en verre avec insert 300 µl ou vials en verre de 1.5ml selon le volume	
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Reprendre dans de l'hexane selon I-VOL-01	Pipettman réglable de 200 µl ou 1ml	Hexane
Sertir et Agiter 10 secondes	Capsules à sertir - Vortex	

**CONFIDENTIEL**

#### Après analyse GC/MS :

Réajustement du SI si nécessaire (Cf. I-VOL-01) Agiter 10 secondes	Seringue Hamilton de 50 µl ou de 100 µl selon le volume ajouté	Androstanol acétate H67 0.2mg/ml
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Reprendre dans de l'hexane (Cf. I-VOL-01)	Pipettman réglable de 200 µl ou 1ml	Hexane
Sertir et Agiter 10 secondes	Capsules à sertir - Vortex	

<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATOIRE</b>	Codification : M-EX -24 Version : C Date : 17/01/2006 4 / 4
<b>METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES          METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	16/01/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	16/01/2006	
vérifié par	Aurélien LAURENT	17/01/2006	
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	17/01/2006	

**EVOLUTIONS**

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	03/06/2002
2	Modification des quantités de SI et d'ACN, ajout d'une remarque sur l'importance de la rotation des tubes	14/10/2002
A	A --> Passage de projet en document validé : modification temps/température acétylation	04/02/2004
B	changement de cartouche pour la première extraction addition d'une nouvelle fraction d'analyse réunion des aliquots d'un même échantillon avant dérivation l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFO du 10/05/04)	16/07/2004
C	changement de cartouche pour la première extraction addition d'une nouvelle fraction d'analyse réunion des aliquots d'un même échantillon avant dérivation l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFO du 10/05/04) changement SE en SI et ajout analyse GC/MS avant GC/C/IRMS	17/01/2006

**CONFIDENTIEL**

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -06 Version : C Date : 06/02/2006 1 / 3
<b>PREMIERE EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

Application :	Irms0.sp
Durée d'extraction pour un tube:	13.30min
Tube utilisé:	Kimble 16x100mm
Type de cartouche utilisée:	Bond Elut C18 Varian 500mg/3ml

*Documents utilisés: I-M-02, I-N-02*

**1. DISPOSITION DES SOLVANTS :**

- Voie 1 : Méthanol
- Voie 2 : Eau ultrapure
- Voie 3 : Acétonitrile
- Voie 4 : Rien
- Voie 5 : Rien
- Voie 6 : Rien
- Voie 7 : Rien
- Voie 8 : Rien

ASSURANCE QUALITÉ  
LNDD

**CONFIDENTIEL**

Les voies 4, 5, 6, 7 et 8 restent à l'air libre

**2. LANCEMENT DE L'EXTRACTION :**

Effectuer les puges eau, air et/ou solvant. Voir I-M-02.

Positionner à droite les tubes à extraire et à gauche les tubes de recueil et placer les cartouches .

L'ordre de passage est le suivant:

- Blanc urinaire 1
- Echantillon 1
- Blanc urinaire 2
- Echantillon 2
- ...

Pour lancer l'extraction, voir I-N-02.

12



LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -06
		Version : C Date : 06/02/2006 2 / 3
<b>PREMIERE EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

**3. DESCRIPTION DES PRINCIPALES ETAPES DE L'EXTRACTION :**

Etape	Source	Recueil	Volume (ml)	Débit (ml/min)
Conditionnement colonne	Méthanol	Poubelle	3	10
Conditionnement colonne	Eau ultrapure	Poubelle	3	10
Chargement échantillon	Echantillon	Poubelle	8.5	4
Lavage	Eau ultrapure	Poubelle	4	10
Séchage	1 minute			
Elution	Méthanol	Fraction 1	6	2
Rinçage canule	Eau ultrapure	Canule	2	20
Rinçage canule	Méthanol	Canule	2	20

**CONFIDENTIEL**

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -06 Version : C Date : 06/02/2006 3 / 3
<b>PREMIERE EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	06/02/2006	<i>[Signature]</i>
vérifié par	Corinne BUISSON	06/02/2006	<i>[Signature]</i>
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	06/02/2006	<i>[Signature]</i>

<b>EVOLUTIONS</b>
-------------------

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	30/04/2002
A	Acceptation du projet passage en version A	24/10/2002
B	Révision biennale changement de cartouche d'extraction et des volumes de lavage et d'élution	31/08/2004
C	Révision biennale changement de cartouche d'extraction et des volumes de lavage et d'élution homogénéisation titre , ajout I-M-02 et I-N-02	06/02/2006

**CONFIDENTIEL**

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -07 Version : D Date : 06/02/2006 1 / 3
<b>DEUXIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

Application :	Irms1te.spe
Durée d'extraction par tube :	16.30 min
Tube utilisé de recueil utilisé :	Kimble 13x100 mm
Type de cartouche utilisée :	Bond Elut C <sub>18</sub> Varian – 200 mg / 3 ml

*Documents utilisés : I-M-02, I-N-02*

ASSURANCE QUALITÉ  
LNDD

**1. DISPOSITION DES SOLVANTS :**

Voie 1 : Méthanol  
Voie 2 : Eau ultrapure  
Voie 3 : Acétonitrile  
Voie 4 : Rien  
Voie 5 : Rien  
Voie 6 : Rien  
Voie 7 : Rien  
Voie 8 : Rien

**CONFIDENTIEL**

Les voies 4, 5, 6, 7 et 8 restent à l'air libre.

**2. LANCEMENT DE L'EXTRACTION :**

Effectuer les purges eau, air et solvant si nécessaire. Voir I-M-02.

Positionner à droite les tubes à extraire et disposer au niveau des recueils les tubes 13x100mm insérés dans les tubes 16x100mm.

L'ordre de passage est le suivant :

Blanc urinaire 1 tube 1  
Blanc urinaire 1 tube 2  
Blanc urinaire 1 ....  
Echantillon 1 tube 1  
Echantillon 1 tube 2  
Echantillon 1 ....  
Blanc urinaire 2 tube 1  
Blanc urinaire 2 tube 2  
Blanc urinaire 2 ....

<b>LNDD</b>	<b>INSTRUCTION</b>	Codification : I-EX -07 Version : D Date : 06/02/2006 2 / 3
<b>DEUXIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

Echantillon 2 tube 1  
 Echantillon 2 tube 2  
 Echantillon 2 ....

**CONFIDENTIEL**

Placer les cartouches et lancer l'extraction selon I-N-02.

**3. DESCRIPTION DES PRINCIPALES ETAPES DE L'EXTRACTION :**

Etape	Source	Recueil	Volume (ml)	Débit (ml/min)
Conditionnement colonne	Méthanol	Poubelle	4	10
Conditionnement colonne	Eau ultrapure	Poubelle	4	10
Chargement échantillon	Echantillon	Poubelle	2	4
Préparation du mélange 20%	Acétonitrile / Eau ultrapure	Mixer	0.8 / 3.2	30
Lavage	Acétonitrile / Eau ultrapure 20/80	Poubelle	4	2
Préparation du mélange 30%	Acétonitrile / Eau ultrapure	Mixer	0.6 / 1.4	30
Lavage	Acétonitrile / Eau ultrapure 30/70	Poubelle	2	2
Séchage	1 minute			
<b>Elution</b>	<b>Acétonitrile</b>	<b>Fraction 1</b>	<b>4</b>	<b>2</b>
Rinçage canule	Eau ultrapure	Canule	4	20
Rinçage canule	Méthanol	Canule	4	20

<b>LNDD</b>	<b>INSTRUCTION</b>	Codification : I-EX -07 Version : D Date : 06/02/2006 3 / 3
<b>DEUXIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE          L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	06/02/2006	<i>Mongongu</i>
vérifié par	Corinne BUISSON	06/02/2006	<i>Buisson</i>
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	06/02/2006	<i>Deceaurriz</i>

<b>EVOLUTIONS</b>
-------------------

N° Version	Motif	Date
I	Création du document.	30/04/2002
A	Acceptation du projet passage en version A	24/10/2002
B	Révision biennale changement des volumes de lavage et d'élution	31/08/2004
C	Réajustement de l'extraction	22/04/2005
D	Réajustement de l'extraction D:homogénéisation du titre, ajout I-M-02 et I-N-02	06/02/2006

**CONFIDENTIEL**

17

<b>LNDD</b>	<b>INSTRUCTION</b>	Codification : I-EX -08 Version : C Date : 08/09/2005 1/3
<b>TROISIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

Application :	irms2te.spe
Durée d'extraction pour un tube :	41,3 min
Tube utilisé :	Kimble 13x100 mm
Type de cartouche utilisée :	Baker C <sub>18</sub>
Volumé de la cartouche :	500 mg / 3 ml

ASSURANCE QUALITÉ  
LNDD

APPLICABLE le  
08 SEP. 2005

### 1 - DISPOSITION DES SOLVANTS :

- Voie 1 : Méthanol
- Voie 2 : H<sub>2</sub>O (ultrapure)
- Voie 3 : Acétonitrile
- Voie 4 : Rien
- Voie 5 : Rien
- Voie 6 : Rien
- Voie 7 : Rien
- Voie 8 : Rien

**CONFIDENTIEL**

Les voies 4, 5, 6, 7 et 8 restent à l'air libre.

### 2 - LANCEMENT DE LA SEQUENCE D'ANALYSE :

Effectuer les purges eau, air et solvant si nécessaire (cf I-M-02)  
Lancer l'extraction selon I-N-02

Positionner à droite les tubes à extraire et à gauche les tubes éluats.  
Utiliser le gros rack, disposer au niveau des receuils les tubes 13x100 mm insérés dans des tubes 16x100 mm et placer les échantillons dans l'ordre suivant :

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -08
		Version : C Date : 08/09/2005 2 / 3
<b>TROISIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

Tubes des échantillons	Tubes des recueils
Blanc urinaire 1	Blanc urinaire 1 fraction F1 (métabolites de la cortisone et du cortisol)
Espace libre	Blanc urinaire 1 fraction F2 (Keto)
Espace libre	Blanc urinaire 1 fraction F3 (Diol)
Echantillon 1	Echantillon 1 fraction F1 (métabolites de la cortisone et du cortisol)
Espace libre	Echantillon 1 Fraction F2 (Kéto)
Espace libre	Echantillon 1 Fraction F3 (Diol)
...	...

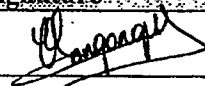
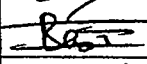
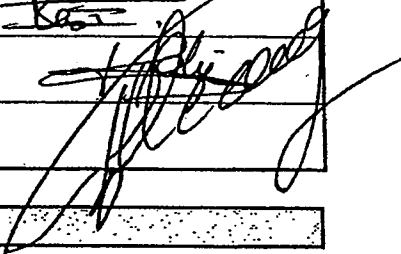
Placer les cartouches en laissant deux intervalles de libre entre chaque cartouche et cliquer ensuite sur RUN MONITOR puis sur RUN du module choisi.

**CONFIDENTIEL**

### 3 - EXTRACTION SUR CARTOUCHE :

Etape	Solvant	Recueil	Volume (ml)	Débit (ml/min)
Conditionnement colonne	MeOH	Poubelle	5	10
Conditionnement colonne	H <sub>2</sub> O	Poubelle	5	10
Chargement échantillon	Reprise CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O 50/50	Poubelle	2,5	4
Préparation mélange 30 %	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O	Mixer	1,8 / 4,2	30
Lavage	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O 30/70	Poubelle	6	2
Préparation mélange 40 %	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O	Mixer	2,4 / 3,6	30
Lavage	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O 40/60	Poubelle	6	2
Préparation mélange 50 %	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O	Mixer	3 / 3	30
Elution F1	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O 50/50	Fraction 1	6	2
Préparation mélange 50 %	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O	Mixer	1 / 1	30
Elution F1	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O 50/50	Fraction 1	2	2
Préparation mélange 75 %	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O	Mixer	4,5 / 1,5	30
Elution F2	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O 75/25	Fraction 2	6	2
Préparation mélange 75 %	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O	Mixer	2,4 / 0,8	30
Lavage	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O 75/25	Poubelle	3,2	2
Elution F3	CH <sub>3</sub> CN	Fraction 3	4	2
Rinçage canule	H <sub>2</sub> O	Canule	2	30
Lavage	MeOH	Poubelle	2	30

<b>LNDD</b>	<b>INSTRUCTION</b>	Codification : I-EX -08 Version : C Date : 08/09/2005 3 / 3
<b>TROISIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	08/09/2005	
vérifié par	Caroline BASTIEN	08/09/2005	
vérifié par	Adeline MOLINA	08/09/2005	
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	08/09/2005	

**EVOLUTIONS**

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	30/04/2002
A	Acceptation du projet passage en version A	02/10/2002
B	Révision biennale analyse d'une troisième fraction	31/08/2004
C	Elimination d'une interférence dans la fraction F1 - Changement titre pour homogénéisation	08/09/2005

**CONFIDENTIEL**

*b*



LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 1/4
<b>FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS</b>		

Mode opératoire d'extraction:

M-EX-24

Echantillon :

A 993855

Sexe :

M

F

Mise à l'ambient de l'échantillon :

Date : 16/04/07

Heure : 9h30

Prise d'essai :

Volume :

36 mL

Heure :

11h15

Paraphe :

*[Signature]*

	Date	Appareil	Température en °C	Valeur lue	Paraphe
pH	16/04/07	pHmet n°: 7	21,6	5,27	<i>[Signature]</i>
Densité	16/04/07	Refract n°: 20		1,028	<i>[Signature]</i>

Blanc urinaire :

Pool 4

Densité :

1,024

Prise d'essai :

16 mL

Paraphe :

*[Signature]*

**Préparation de l'échantillon**

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Première extraction	16/04/07	11h30		Rapid Trace : RTORD	<i>[Signature]</i>
	16/04/07		13h10		
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR 1	
Evaporation	16/04/07	13h10	14h00	Bain à sec (BSE) : S21	<i>[Signature]</i>
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR 1	
Hydrolyse	16/04/07	14h10		Code du tampon : T060207 01	<i>[Signature]</i>
	16/04/07		15h15	DLU* de la βGlu : 12/05/07 Etuve n° : 5	
Deuxième extraction	16/04/07	15h35		Rapid Trace : RTORD	<i>[Signature]</i>
	16/04/07		17h35		
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR 1	

\*DLU: date limite d'utilisation

21

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 2/4
FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS		

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Evaporation	16/04/07	17h40	18h40	Bain à sec (BSE) : S21	<i>[Signature]</i>
Stockage à 4°C				Lieu : CH-ER-1	
Acétylation	16/04/07	18h45		DLU* Anhydride acétique : 11/2008 DLU* Pyridine : 12/2007	<i>[Signature]</i>
	17/04/07		9h20	Bain à sec (BSE) : ou Température ambiante	
Evaporation	17/04/07	9h20	9h50	Bain à sec (BSE) : S21	<i>[Signature]</i>
Troisième extraction	17/04/07	10h00		Rapid Trace : 270 ED	<i>[Signature]</i>
	17/04/07		11h30		
Stockage à 4°C				Lieu : CH-ER-1	
Evaporation	17/04/07	11h30	13h35	Bain à sec (BSE) : n4	<i>[Signature]</i>
Stockage à 4°C				Lieu : CH-ER-1	
Ajout SI,	17/04/07	13h45		Code du SI (0,2mg/mL) : H67- 0048	<i>[Signature]</i>
Mise en vial	17/04/07		13h50		
Evaporation	17/04/07	13h55		Bain à sec (BSE) : S21	<i>[Signature]</i>
	17/04/07		14h10		
Stockage à +4°C				Lieu : CH-ER-1	

Analyse par CG/MS

	Fraction F1	Fraction F2	Fraction F3
Volume SI (µl)	2	2	2
Volume hexane (µl)	100	400	100

22

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 3/4
<b>FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS</b>		

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Reprise par Hexane	17/04/07	14h15			
Injection CG/MS	17/04/07	14h20		MSD 52	
	18/04/07		11h45		
Ajout du SI si nécessaire	18/04/07	11h45		Code du SI (200ng/µL) : H67-0048	
Évaporation	18/04/07	11h50	12h00	Bain à sec (BSE) : 521	
Stockage des vials à 4°C				Lieu : CH-FR 1	

**Autres opérations (dilution, réinjection...)**

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe

**Analyse par GC/C/IRMS**

	Fraction F1	Fraction F2	Fraction F3
Volume total SI prélevé (µl)	10	45	4
Volume final hexane (µl)	45	580	40   30

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 4/4
FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS		

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Reprise par Hexane	18/04/07	12h05			
Injection GC/C/IRMS	18/04/07	12h10		ISOPRIME 2	

Autres opérations (concentration, dilution, réinjection...)

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Concentration F3	18/04/07	13h40	13h45		
Reprise hexane injection F3-2	18/04/07	13h50	13h55		

Ecart n° :

*Cet enregistrement est à mettre dans le dossier de confirmation de l'échantillon*

24

<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATOIRE</b>	Codification : M-EXMIX-05 Version : B Date :09/05/2006 1 / 2
<b>METHODE DE PREPARATION DU MIX ACETATE ET DU MIX CAL ACETATE</b>		

**1. Préparation du Mix Acétate pour la GC/MS:**

<u>Opérations</u>	<u>Matériel</u>	<u>Réactif et produits</u>
Prélever 100 µl de la solution Mix Acétate et transférer dans un vial à insert	Vials en verre avec insert 300µl	Solution Mix Acétate (CH-Fr.1)
Evaporer à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Reprendre dans 100 µl d'hexane	Pipettman réglage de 100 µl Cônes Greiner	Hexane
Sertir Agiter au vortex	Capsules à sertir Vortex	

**CONFIDENTIEL**

**2. Préparation du Mix Cal Acétate pour la GC/C/IRMS:**

<u>Opérations</u>	<u>Matériel</u>	<u>Réactif et produits</u>
Prélever 50 µl de la solution Mix Cal Acétate et transférer dans un vial à insert	Vials en verre avec insert 300µl	Solution Mix Cal Acétate (CH-Fr.1)
Evaporer à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Reprendre dans 50 µl d'hexane	Pipettman réglable de 100 µl Cônes Greiner	Hexane
Sertir Agiter au vortex	Capsules à sertir Vortex	



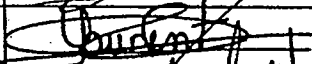
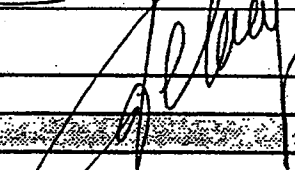
APPROUVÉ le

15 MAI 2006

ASSURANCE QUALITÉ  
LNDD

25

<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATOIRE</b>	Codification : M-EXMIX-05 Version : B Date : 09/05/2006 2 / 2
<b>METHODE DE PREPARATION DU MIX ACETATE ET DU MIX CAL ACETATE</b>		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	09/05/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	09/05/2006	
vérifié par	Aurélie LAURENT	09/05/2006	
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	09/05/2006	

**EVOLUTIONS**

N° Version	Motif	Date
A	Création du document.	17/01/2006
B	ajout du mix cal acétate	09/05/2006

**CONFIDENTIEL**



LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN-52 Version : A Date :28/10/2005 1 / 2
<b>ANALYSE GC/MS - CONFIRMATION QUALITATIVE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE ET DE SES PRECURSEURS</b>		

COLONNE

Type:	DB17-MS JW Sciën 122.4732
Longueur:	30m
Diamètre interne:	0.25mm
Epaisseur du film:	0.25µm

**CONFIDENTIEL**

INJECTION

Mode:	Splitless (insert splitless)
Température injecteur:	280°C
Volume injecté:	1µl
Solvants de rinçage ALS:	Solvant A: Acétonitrile Solvant B: Hexane

ASSURANCE QUALITÉ  
LNDD

CONDITIONS GC:

Température initiale:	70°C pendant 1 min
Gradient de température:	70→270°C à 30°C/min 270°C pendant 12 min 270→300°C à 10°C/min 300°C pendant 3 min
Température finale:	300°C pendant 3 min
Temps d'analyse:	25.67 min
Temps d'équilibrage de la colonne:	0.5 min
Pression constante:	Ajuster le SI à 10.7 min (+/-0.5min)
Température de la ligne de transfert	300°C

APPLICABLE le

28 OCT. 2005

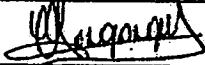
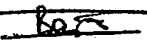
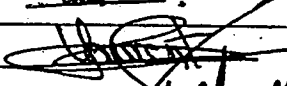
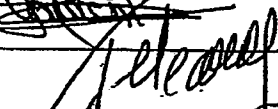
CONDITIONS SM:

Solvent delay:	9 min
Température quad:	150°C
Température Source:	230°C
Fichier tune:	Autotune
Mode d'acquisition:	Full scan 50-550 uma

27



<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATEUR</b>	Codification : M-AN-52 Version : A Date :28/10/2005 2/2
<b>ANALYSE GC/MS - CONFIRMATION QUALITATIVE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE ET DE SES PRÉCURSEURS</b>		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	28/10/2005	
vérifié par	Caroline BASTIEN	28/10/2005	
vérifié par	Aurélien LAURENT	28/10/2005	
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	28/10/2005	

**ÉVOLUTIONS**

N° Version	Motif	Date
A	Création du document.	28/10/2005

**CONFIDENTIEL**

Sequence Name: C:\MSDChem\1\sequence\2007\Avril07\1704.S

Comment:

Operator: 49

Data Path: D:\MSD22\2007\AVRIL07\1704\

Top Pre-Seq Cmd:  
Instrument Control Pre-Seq Cmd:  
Data Analysis Pre-Seq Cmd:

Top Post-Seq Cmd:  
Instrument Control Post-Seq Cmd:  
Data Analysis Post-Seq Cmd:

Method Sections To Run On A Barcode Mismatch  
(X) Full Method (X) Inject Anyway  
( ) Reprocessing Only ( ) Don't Inject

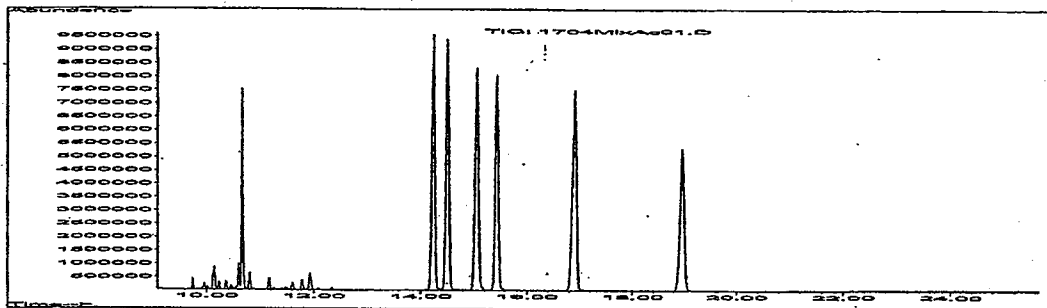
Line		Sample Name/Misc Info		
1)	Calibration	1	1704MixAc01	
	Datafile		MAN_52	
	Method		MAN_52	
2)	Calibration	2	1704MixAc02	
	Datafile		MAN_52	
	Method		MAN_52	
3)	Blank	3	Blu1F3	MAN_52 Blu 1 F3
4)	Sample	4	429F3	MAN_52 A 825429 F3
5)	Blank	5	Blu1F2	MAN_52 Blu 1 F2
6)	Sample	6	429F2	MAN_52 A 825429 F2
7)	Blank	7	Blu1F1	MAN_52 Blu 1 F1
8)	Sample	8	429F1	MAN_52 A 825429 F1
9)	Blank	9	Blu2F3	MAN_52 Blu 2 F3
10)	Sample	10	855F3	MAN_52 A 993855 F3
11)	Blank	11	Blu2F2	MAN_52 Blu 2 F2
12)	Sample	12	855F2	MAN_52 A 993855 F2
13)	Blank	13	Blu2F1	MAN_52 Blu 2 F1
14)	Sample	14	855F1	MAN_52 A 993855 F1

Séquence vérifiée par : .....

Remarques : .....

29

Data File Name 1704MixAc01.D  
 Data File Path D:\MsD22\2007\Avril07\1704\  
 Operator 49  
 Date Acquired 4/17/2007 12:09  
 Acq. Method File MAN\_52.M  
 Sample Name Mix Ac 50  
 Vial Number 1  
 Misc Info Mix Acétate 002 50ng injecté



**Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)**

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.66		258	9,977,130
Etiocolanolone AC	14.27	1.338	272	18,297,596
Androsterone AC	14.52	1.362	272	29,767,014
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.09	1.415	256	16,689,454
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.45	1.449	316	21,305,876
11 KetoEtiocolanolone AC	16.93	1.588	271	21,622,326
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	18.98	1.780	284	19,248,195

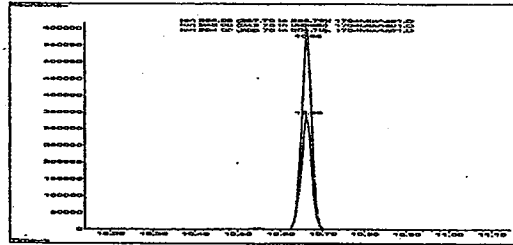
**M2 signal**

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	10,748,299	107.7
Etiocolanolone AC	257	11,893,710	65.0
Androsterone AC	257	13,006,110	43.7
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	15,098,986	90.5
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	12,858,046	60.3
11 KetoEtiocolanolone AC	191	19,111,358	88.4
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	11,083,034	57.6

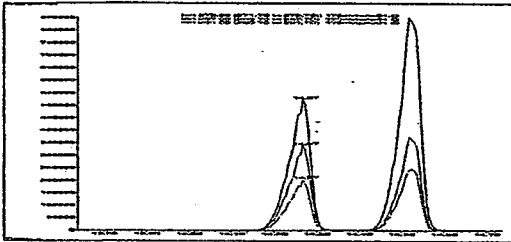
**M3 signal**

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	5,955,429	59.7
Etiocolanolone AC	201	7,157,754	39.1
Androsterone AC	218	9,002,973	30.2
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	13,050,864	78.2
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	10,562,871	49.6
11 KetoEtiocolanolone AC	286	12,698,737	58.7
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	5,299,916	27.5

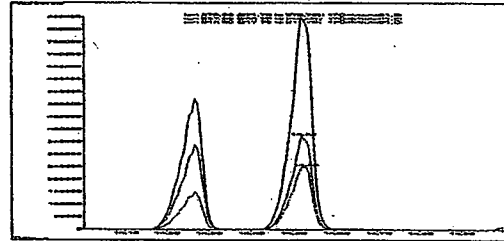
5a Androstanol AC



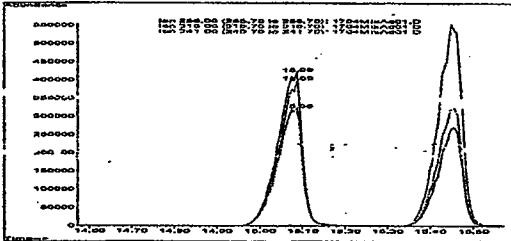
Etiocholanolone AC



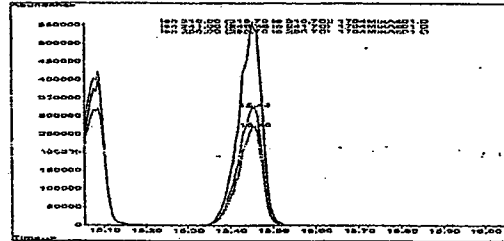
Androsterone AC



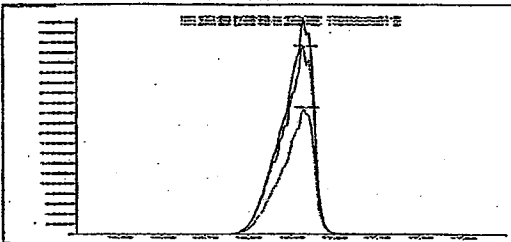
5b Androstan 3a 17b diol diAC



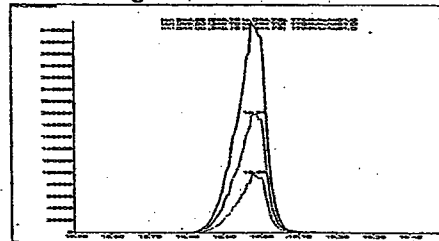
5a Androstan 3a 17b diol diAC



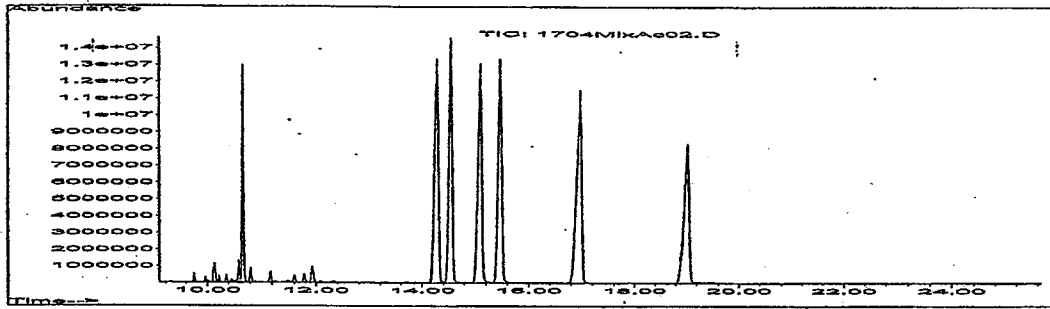
11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name 1704MixAc02.D  
 Data File Path D:\MsD22\2007\Avril07\1704\  
 Operator 49  
 Date Acquired 4/17/2007 12:41  
 Acq. Method File MAN\_52.M  
 Sample Name Mix Ac 100  
 Vial Number 2  
 Misc Info Mix Acétate 002 100ng injecté



**Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)**

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol.AC	10.67		258	17,579,473
Etiocholanolone AC	14.30	1.341	272	32,515,972
Androsterone AC	14.57	1.366	272	53,477,542
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.12	1.417	256	30,247,564
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.49	1.452	316	37,958,113
11 KetoEtiocholanolone AC	17.00	1.593	271	38,738,751
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.05	1.785	284	34,948,652

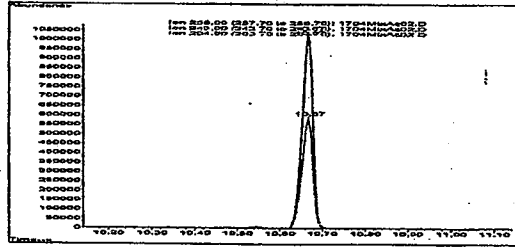
**M2 signal**

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	18,797,440	106.9
Etiocholanolone AC	257	20,864,432	64.2
Androsterone AC	257	23,262,664	43.5
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	26,763,623	88.5
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	23,487,575	61.9
11 KetoEtiocholanolone AC	191	34,778,399	89.8
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	20,127,725	57.6

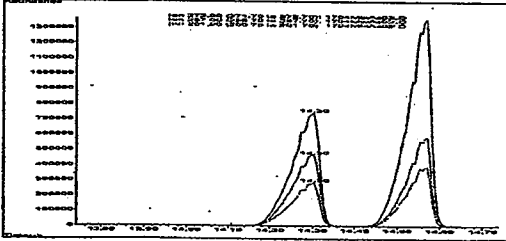
**M3 signal**

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	10,429,707	59.3
Etiocholanolone AC	201	12,655,119	38.9
Androsterone AC	218	16,549,824	30.9
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	23,693,756	78.3
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	19,503,219	51.4
11 KetoEtiocholanolone AC	286	22,820,632	58.9
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	9,642,356	27.6

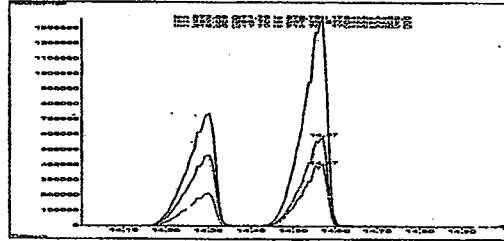
5a Androstanol AC



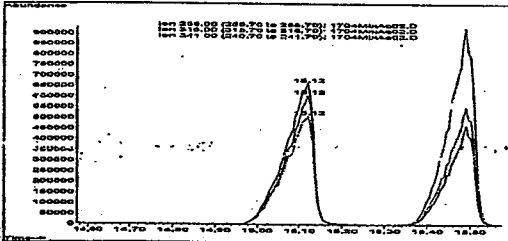
Etiocholanolone AC



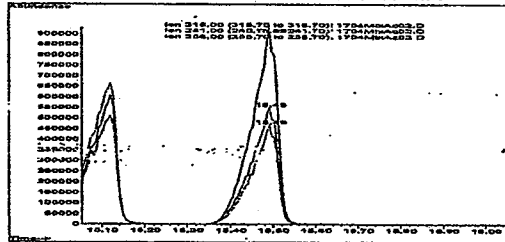
Androsterone AC



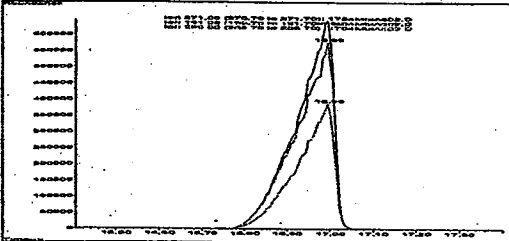
5b Androstan 3a 17b diol diAC



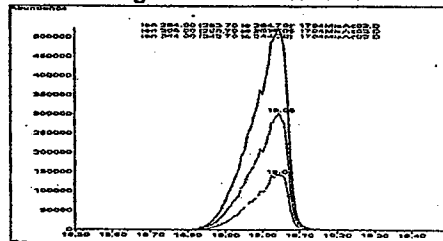
5a Androstan 3a 17b diol diAC



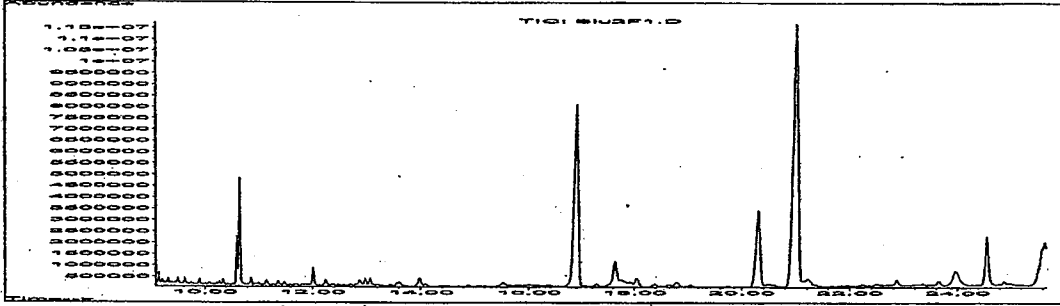
11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name Blu2F1.D  
 Data File Path D:\MsD22\2007\Avril07\1704\  
 Operator 49  
 Date Acquired 4/17/2007 19:46  
 Acq. Method File MAN\_52.M  
 Sample Name Blu 2 F1  
 Vial Number 13  
 Misc Info Blanc urinaire 2 Pool 4 Fraction 1 dans 100µL



**Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)**

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.66		258	6,341,714
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	16.93	1.588	271	23,566,638
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

**M2 signal**

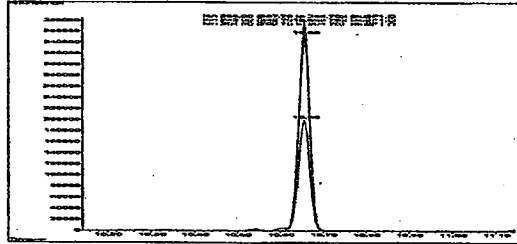
Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	6,789,577	107.1
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	20,503,928	87.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

**M3 signal**

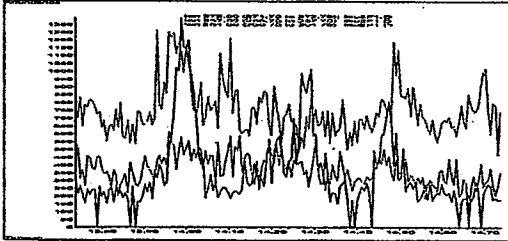
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	3,651,189	57.6
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	13,889,899	58.9
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

34

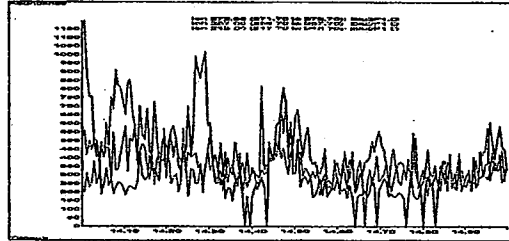
5a Androstanol AC



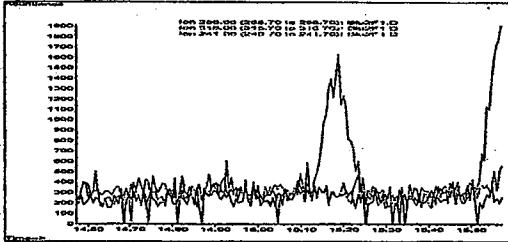
Etiocholanolone AC



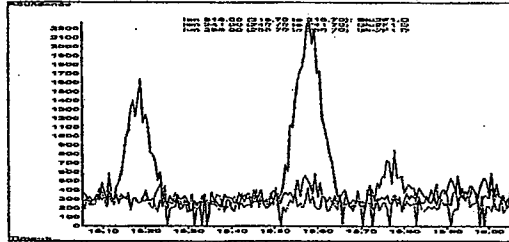
Androsterone AC



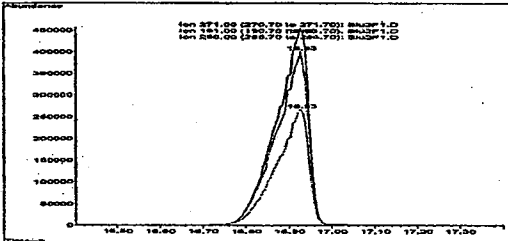
5b Androstan 3a 17b diol diAC



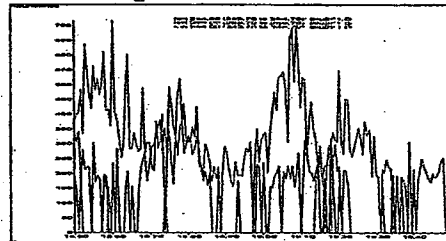
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC



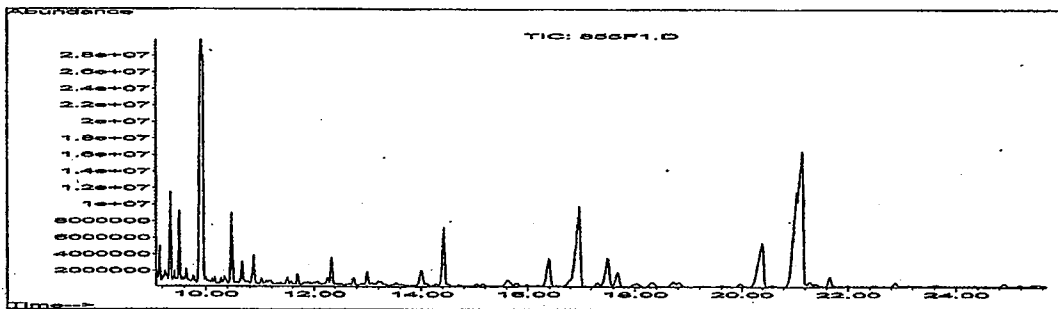
5b Pregnan 3a 20a diol diAC



35



Data File Name 855F1.D  
 Data File Path D:\MsD22\2007\Avril07\1704\  
 Operator 49  
 Date Acquired 4/17/2007 20:18  
 Acq. Method File MAN\_52.M  
 Sample Name A 993855 F1  
 Vial Number 14  
 Misc Info A 993855 Fraction 1 dans 100µL



**Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)**

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.67		258	2,925,648
Etiocolanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocolanolone AC	16.97	1.590	271	28,662,385
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

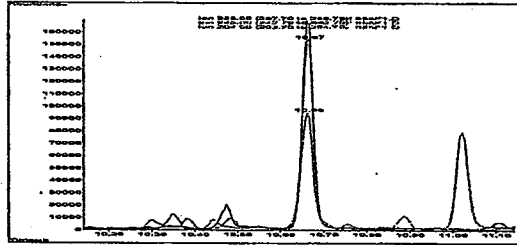
**M2 signal**

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	3,217,432	110.0
Etiocolanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocolanolone AC	191	25,626,291	89.4
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

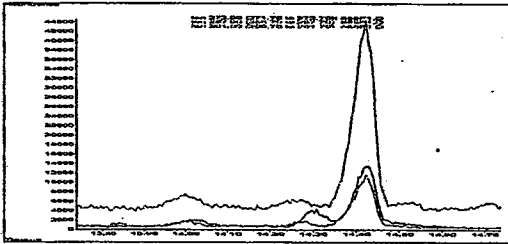
**M3 signal**

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	2,040,692	69.8
Etiocolanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocolanolone AC	286	17,370,351	60.6
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

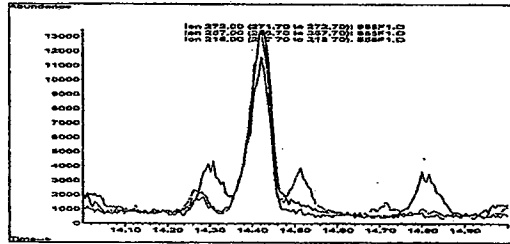
5a Androstanol AC



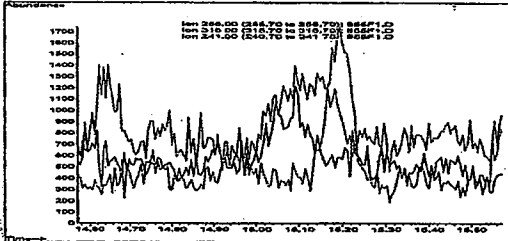
Etiocholanolone AC



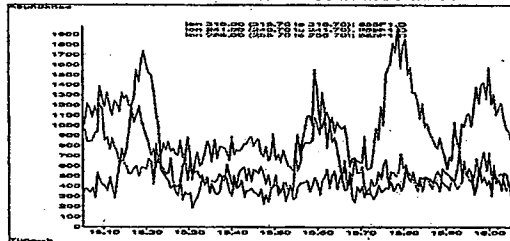
Androsterone AC



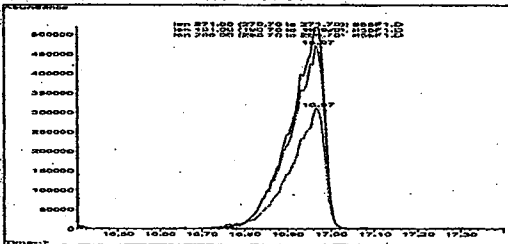
5b Androstan 3a 17b diol diAC



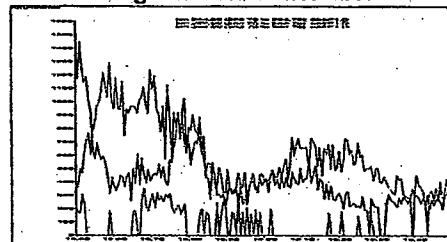
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC

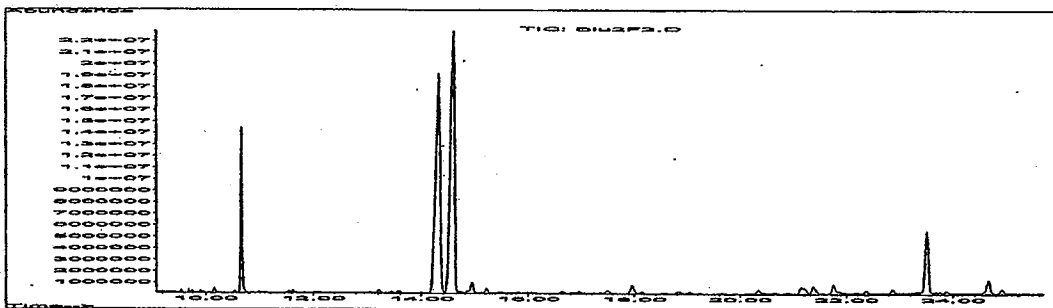


5b Pregnan 3a 20a diol diAC



37

Data File Name Blu2F2.D  
 Data File Path D:\Msd22\2007\Avril07\1704\  
 Operator 49  
 Date Acquired 4/17/2007 18:41  
 Acq. Method File MAN\_52.M  
 Sample Name Blu 2 F2  
 Vial Number 11  
 Misc Info Blanc urinaire 2 Pool 4 Fraction 2 dans 400µL



**Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)**

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.67		258	20,818,067
Etiocholanolone AC	14.33	1.343	272	55,995,544
Androsterone AC	14.61	1.370	272	113,663,220
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

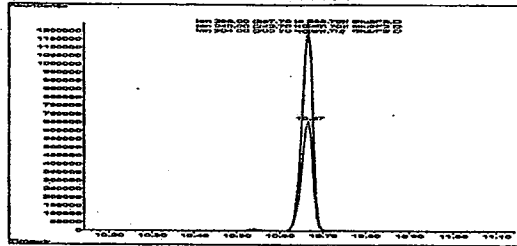
**M2 signal**

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	22,232,352	106.8
Etiocholanolone AC	257	35,404,989	63.2
Androsterone AC	257	49,030,818	43.1
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

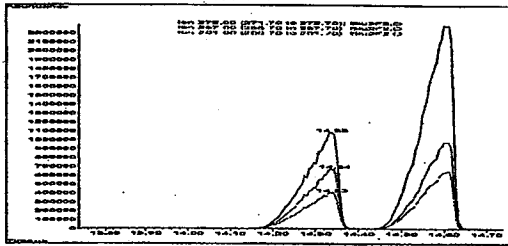
**M3 signal**

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	11,786,031	56.6
Etiocholanolone AC	201	22,142,285	39.5
Androsterone AC	218	34,698,579	30.5
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

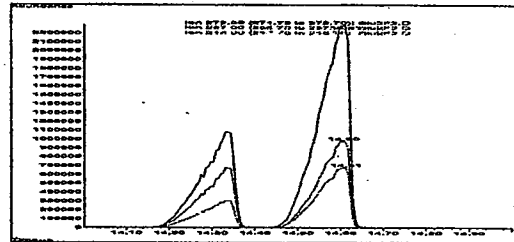
5a Androstanol AC



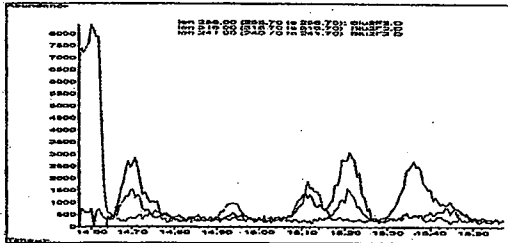
Etiocholanolone AC



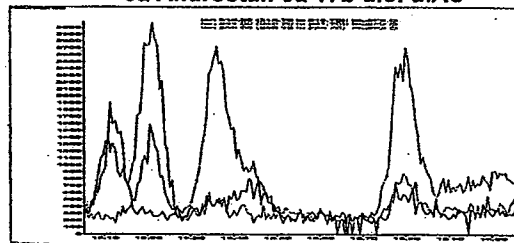
Androsterone AC



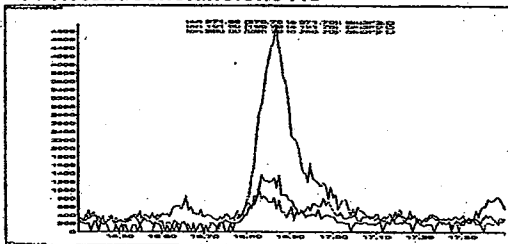
5b Androstan 3a 17b diol diAC



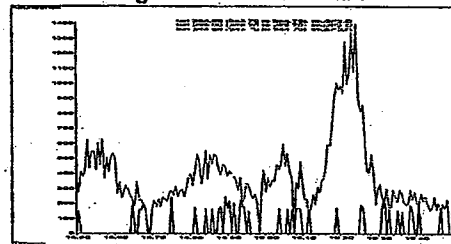
5a Androstan 3a 17b diol diAC



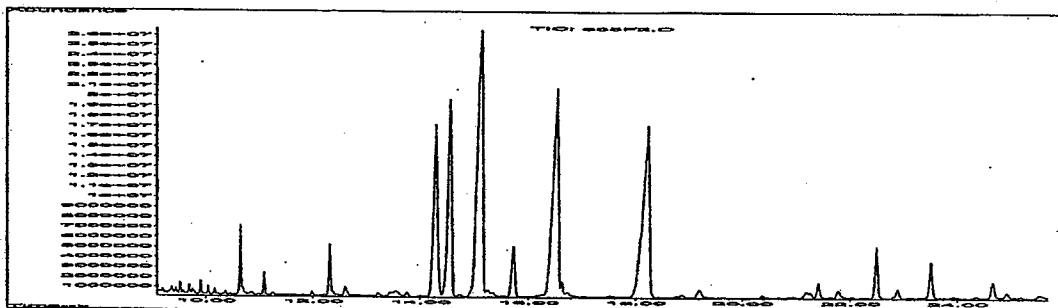
11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name 855F2.D  
 Data File Path D:\Msdd22\2007\Avril07\1704\  
 Operator 49  
 Date Acquired 4/17/2007 19:14  
 Acq. Method File MAN\_52.M  
 Sample Name A 993855 F2  
 Vial Number 12  
 Misc Info A 993855 Fraction 2 dans 400µL



**Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)**

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.66		258	9,000,720
Etiocholanolone AC	14.31	1.343	272	41,333,536
Androsterone AC	14.57	1.367	272	79,737,185
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

**M2 signal**

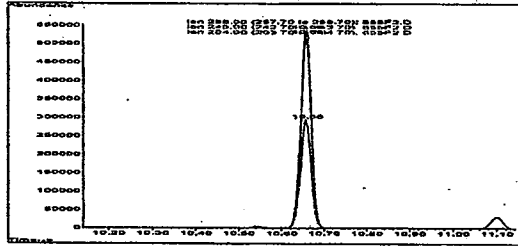
Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	9,691,782	107.7
Etiocholanolone AC	257	26,188,712	63.4
Androsterone AC	257	34,451,974	43.2
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

**M3 signal**

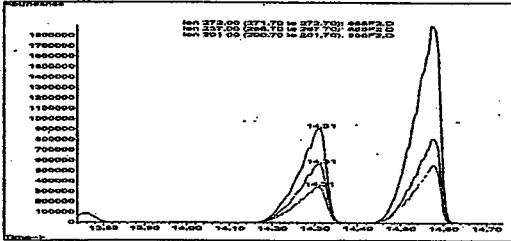
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	5,219,810	58.0
Etiocholanolone AC	201	16,600,561	40.2
Androsterone AC	218	24,458,016	30.7
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

40

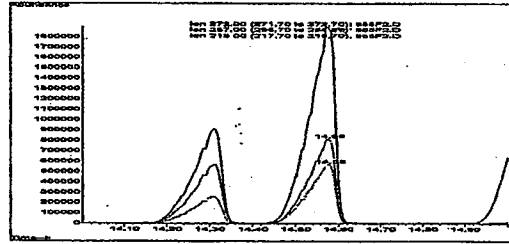
5a Androstanol AC



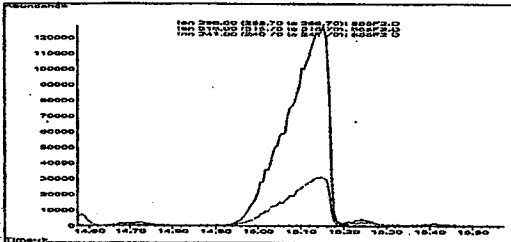
Etiocholanolone AC



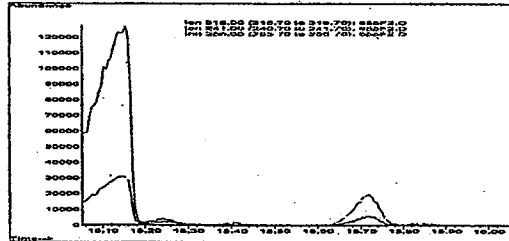
Androsterone AC



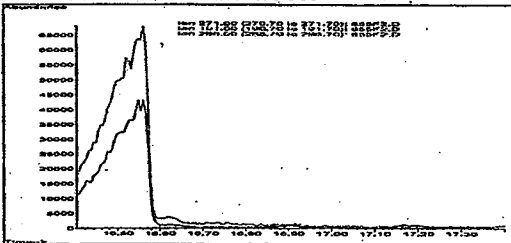
5b Androstan 3a 17b diol diAC



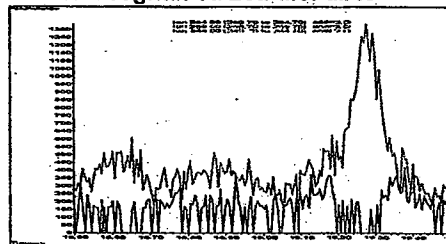
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC

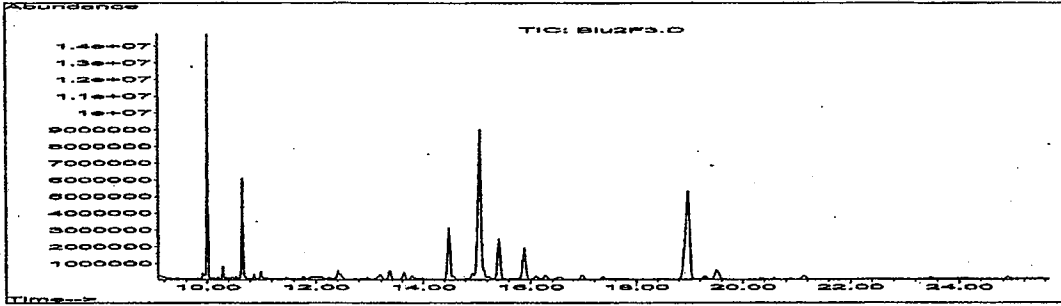


5b Pregnan 3a 20a diol diAC



41

Data File Name Blu2F3.D  
 Data File Path D:\Msd22\2007\Avril07\1704\  
 Operator 49  
 Date Acquired 4/17/2007 17:37  
 Acq. Method File MAN\_52.M  
 Sample Name Blu 2 F3  
 Vial Number 9  
 Misc Info Blanc urinaire 2 Pool 4 Fraction 3 dans 100µL



**Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)**

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.66		258	7,512,474
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.08	1.415	256	17,464,248
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.41	1.446	316	4,845,134
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	18.99	1.782	284	18,181,218

**M2 signal**

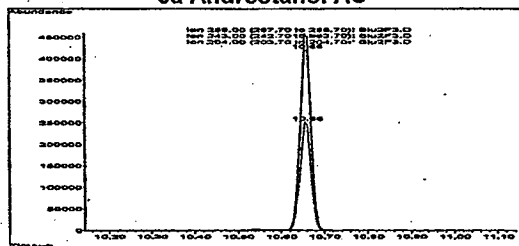
Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	8,150,181	108.5
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	14,851,867	85.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	3,268,443	67.5
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	10,407,142	57.2

**M3 signal**

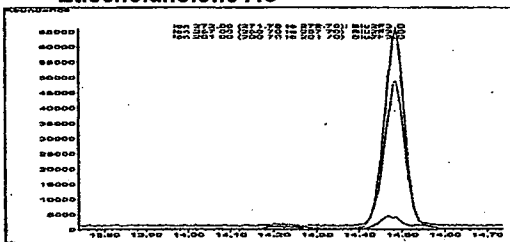
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	4,398,217	58.5
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	13,838,595	79.2
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	2,629,049	54.3
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	4,902,485	27.0

42

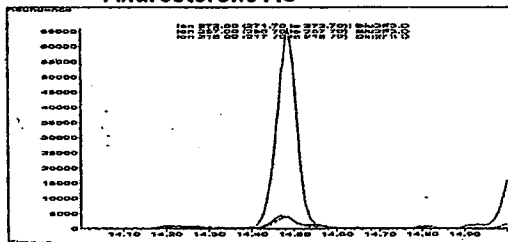
5a Androstanol AC



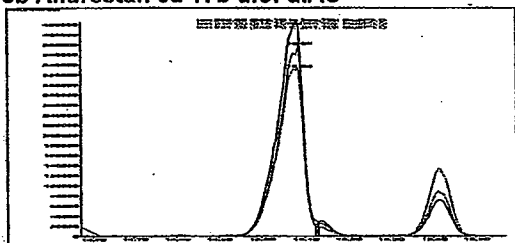
Etiocholanolone AC



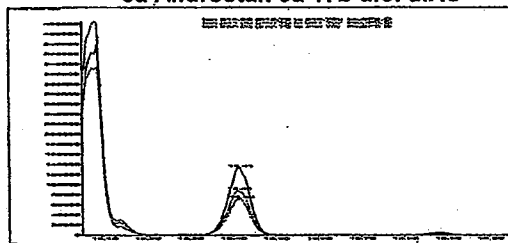
Androsterone AC



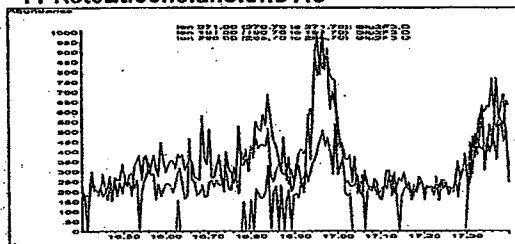
5b Androstan 3a 17b diol diAC



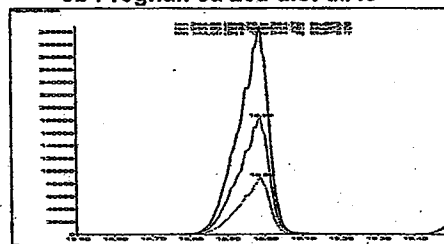
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC

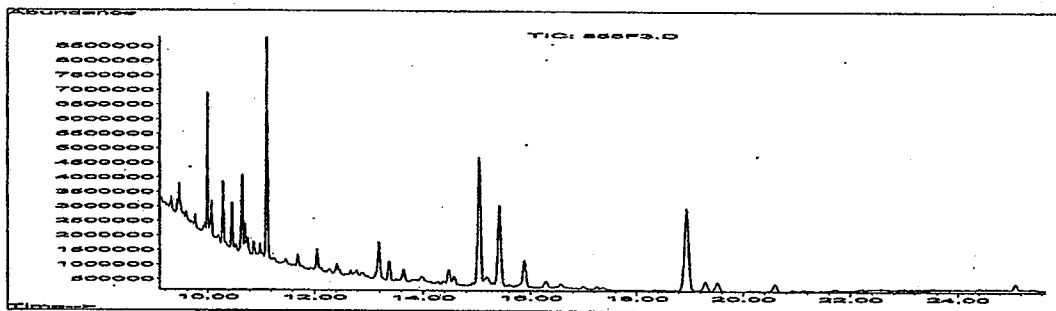


5b Pregnan 3a 20a diol diAC





Data File Name 855F3.D  
 Data File Path D:\MsD22\2007\Avril07\1704\  
 Operator 49  
 Date Acquired 4/17/2007 18:09  
 Acq. Method File MAN\_52.M  
 Sample Name A 993855 F3  
 Vial Number 10  
 Misc Info A 993855 Fraction 3 dans 100µL



**Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)**

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.66		258	3,116,222
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.05	1.412	256	7,401,700
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.42	1.447	316	5,612,508
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	18.96	1.779	284	8,920,539

**M2 signal**

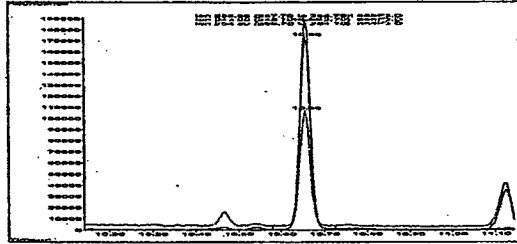
Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	3,414,138	109.6
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	6,105,628	82.5
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	3,795,661	67.6
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	5,207,657	58.4

**M3 signal**

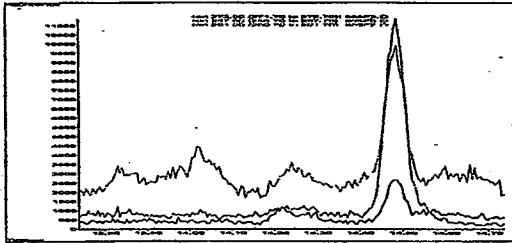
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	2,116,464	67.9
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	5,905,606	79.8
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	3,025,397	53.9
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	2,385,491	26.7

44

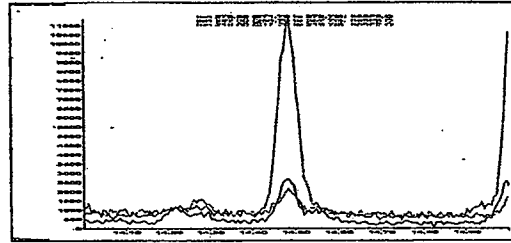
5a Androstanol AC



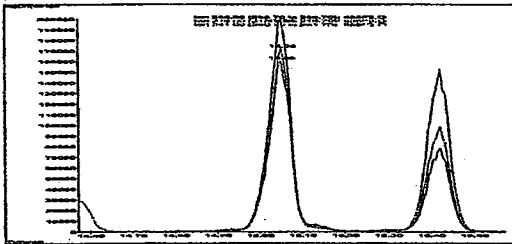
Etiocholanolone AC



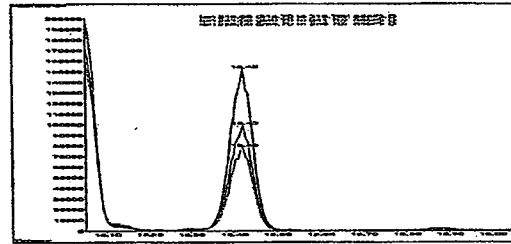
Androsterone AC



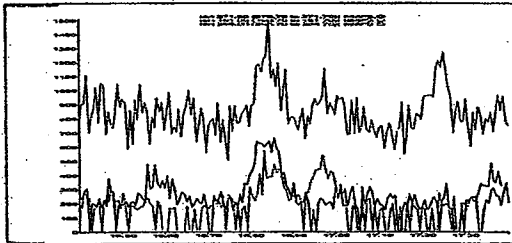
5b Androstan 3a 17b diol diAC



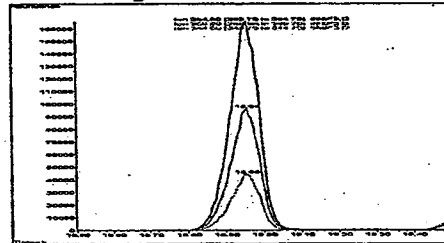
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



45

<b>a f l d</b> Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-CC-11C Version : A Date : 21/03/2007 1/1
		<b>VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CG/SM EN VUE          D'UNE CONFIRMATION IRMS</b>

Appareil : MSD 597 Date : 17/04/07

1 - Source d'ionisation et étanchéité du système

MSD	Ion 69 ou 219 majoritaire	Oui	Non	Code op
	Abondance de l'ion 502 > 3%	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	49
	18/69 (H2O), 28/69(N2), 32/69(O2), 44/69 (CO2) < 10%	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	49

Observations :

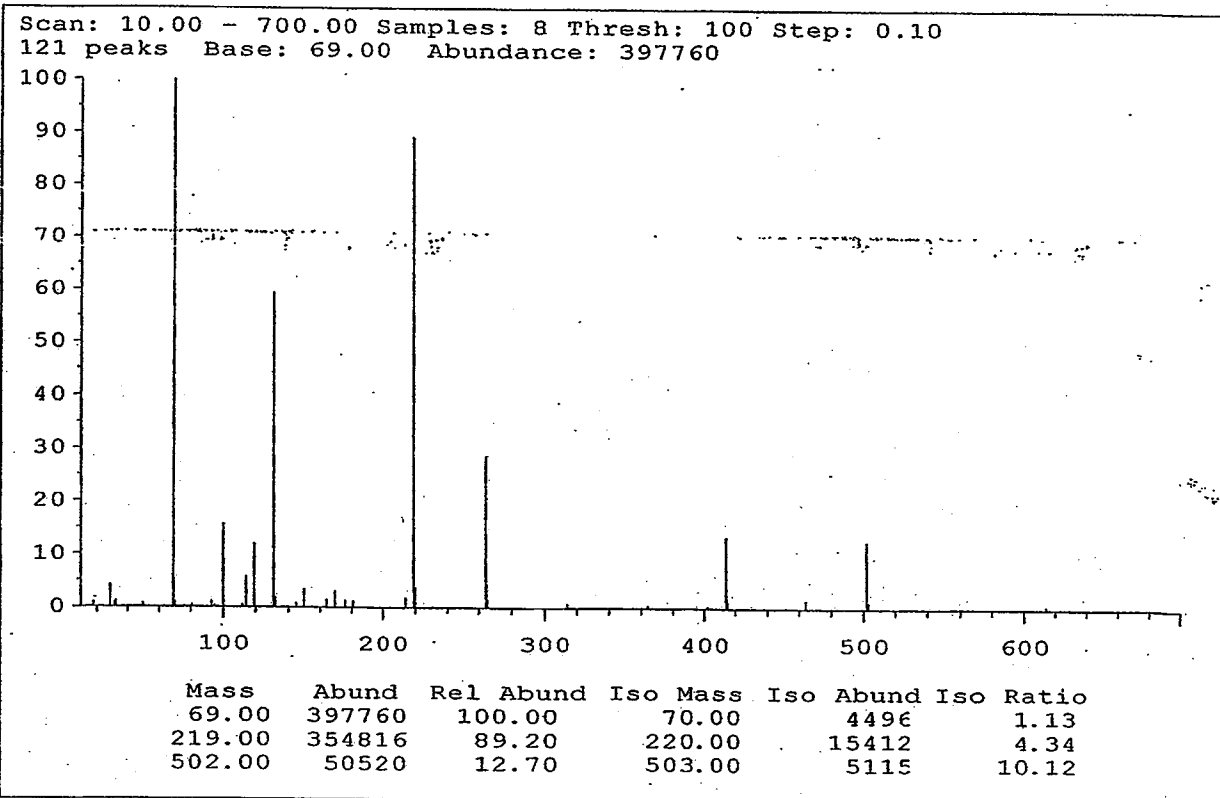
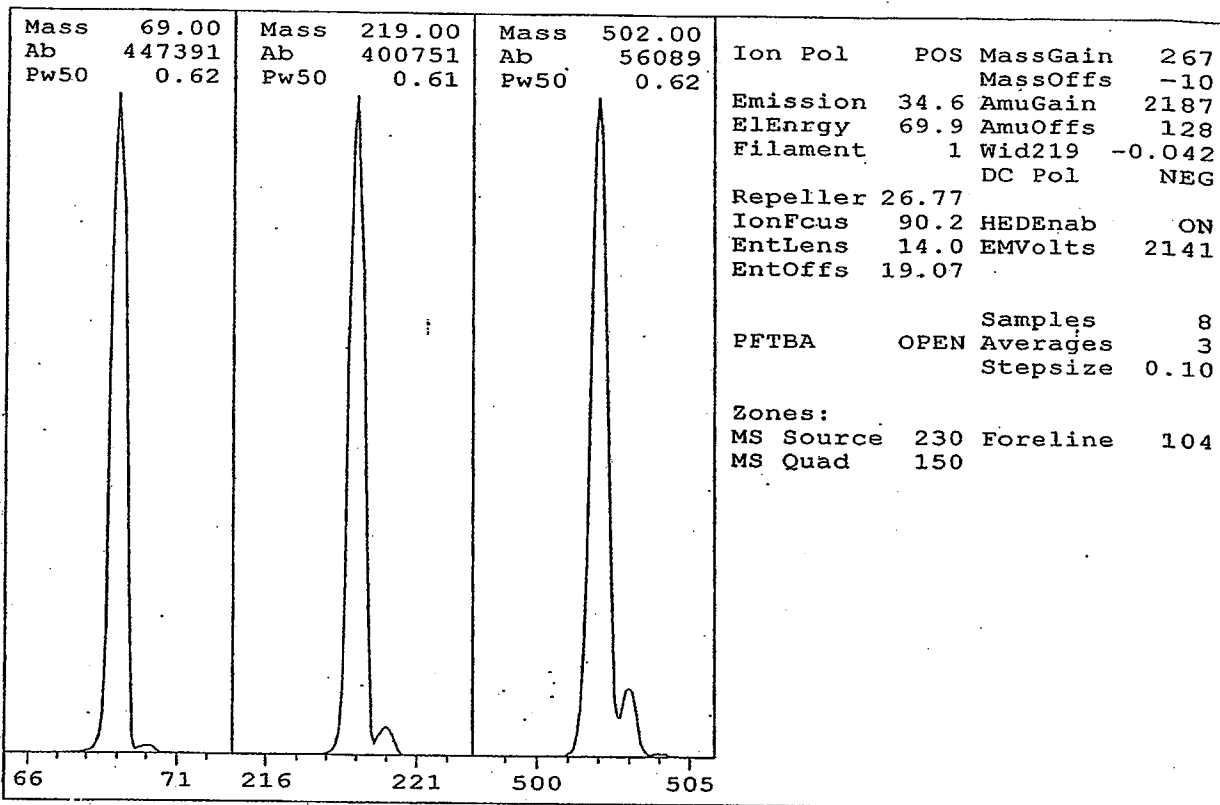
2- Conformité du Mix

	Fichier	Oui	Non	Code op
Mix	1704 Nix Ac 01	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	49
Mix	1704 Nix Ac 02	<input checked="" type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	49
Mix				
Mix				
Mix				
Ref				
Ref				
Ref				
Ref				
Ref				

Observations éventuelles du responsable :

*Cet enregistrement est à archiver dans le classeur C-MA-Ech de l'appareil*

46



47

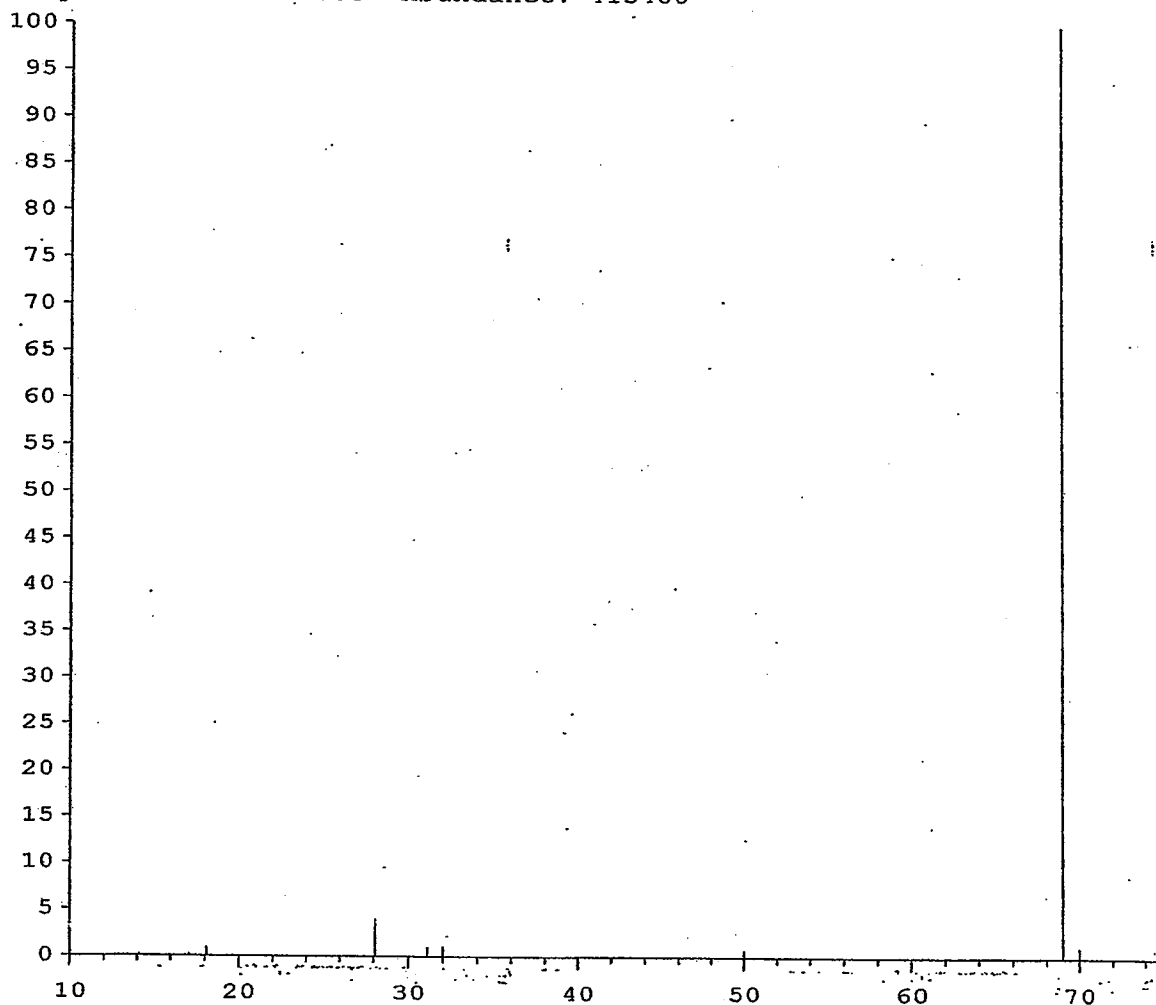
5973 Air and Water Check

Instrument: MSD22

Tue Apr 17 10:47:36 2007

C:\MSDCHEM\1\5973N\

Scan: 10.00 - 75.00 Samples: 8 Thresh: 0 Step: 0.10  
63 peaks Base: 69.00 Abundance: 415488



Mass.	Abund	Rel Abund	Iso Mass	Iso Abund	Iso Ratio
69.00	415488	100.00	70.00	4737	1.14
18.10	3847	0.93	19.30	38	0.99
28.10	17048	4.10	29.10	212	1.24

Current Params used: ATUNE.U

Relative abundances:

18/69 = 0.93	Water%
28/69 = 4.10	Nitrogen%
32/69 = 1.11	Oxygen%
44/69 = 0.14	Carbon Dioxide%
28/18 = 443.15	Nitrogen/Water%

48

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification :	E-FCR-09
		Version :	B
		Date :	20/09/2006
1/3			
FICHE D'ANALYSE / RESULTAT ANALYSE QUALITATIVE GC/MS POUR CONFIRMATION GC/C/IRMS			

Echantillon :

Tolérances fixées par l'AMA ( document : WADA Technical Document - TD2003IDCR )

Tolérances sur le tr et le trr : +/-1% ou +/- 0,2 min (prendre la plus faible des deux)

COPIE CERTIFIÉE  
CONFORME DES DONNÉES  
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

Pour les abondances relatives > 50% il est admis +/- 10% (en absolu) de variation  
 25 < ab < 50% +/- 20% (en relatif)  
 < 25% +/- 5% (en absolu)

Calcul des abondances en : Tabulation:  Surface:  Hauteur:

Standard Interne:

	Mix	Fraction F1	Fraction F2	Fraction F3
Tr (min)	10,66	10,67	10,66	10,66
Fichier	1704MixAc01	855F1	855F2	855F3

Substance caractérisée :  Fichier :

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	16,93	1,588	100	88,4	58,7	16,97	1,590	100	89,4	60,6
Tolérance basse	16,76	1,572		78,4	48,7					
Tolérance haute	17,10	1,604		98,4	68,7					

Concordance des Tr : oui  non   
 Concordance des Trr : oui  non   
 Concordance globale des abondances relatives : oui  non

Substance caractérisée :  Fichier :

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	14,27	1,338	100	65,0	39,1	14,31	1,343	100	63,4	40,2
Tolérance basse	14,13	1,325		55,0	31,3					
Tolérance haute	14,41	1,351		75,0	46,9					

Concordance des Tr : oui  non   
 Concordance des Trr : oui  non   
 Concordance globale des abondances relatives : oui  non

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification :	E-FCR-09
		Version :	B
		Date :	20/09/2006.
			2/3
FICHE D'ANALYSE / RESULTAT ANALYSE QUALITATIVE GC/MS POUR CONFIRMATION GC/C/IRMS			

Substance caractérisée :  Fichier :

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	14,52	1,362	100	43,7	30,2	14,57	1,367	100	43,2	30,7
Tolérance basse	14,37	1,348		35,0	24,2					
Tolérance haute	14,67	1,376		52,4	36,2					

Concordance des Tr : oui  non   
 Concordance des Trr : oui  non   
 Concordance globale des abondances relatives : oui  non

COPIE CERTIFIÉE  
CONFORME DES DONNÉES  
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

Substance caractérisée :  Fichier :

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	15,09	1,415	100	90,5	78,2	15,05	1,412	100	82,5	79,8
Tolérance basse	14,94	1,401		80,5	68,2					
Tolérance haute	15,24	1,429		100,5	88,2					

Concordance des Tr : oui  non   
 Concordance des Trr : oui  non   
 Concordance globale des abondances relatives : oui  non

Substance caractérisée :  Fichier :

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	15,45	1,449	100	60,3	49,6	15,42	1,447	100	67,6	53,9
Tolérance basse	15,30	1,435		50,3	39,7					
Tolérance haute	15,60	1,463		70,3	59,5					

Concordance des Tr : oui  non   
 Concordance des Trr : oui  non   
 Concordance globale des abondances relatives : oui  non

Substance caractérisée :  Fichier :

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	18,98	1,780	100	57,6	27,5	18,96	1,779	100	58,4	26,7
Tolérance basse	18,79	1,762		47,6	22,0					
Tolérance haute	19,17	1,798		67,6	33,0					

Concordance des Tr : oui  non   
 Concordance des Trr : oui  non   
 Concordance globale des abondances relatives : oui  non

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification :	E-FCR-09
		Version :	B
		Date :	20/09/2006
			3/3
FICHE D'ANALYSE / RESULTAT ANALYSE QUALITATIVE GC/MS POUR CONFIRMATION GC/C/IRMS			

Substance caractérisée :

Fichier :

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
			100					100		
Tolérance basse										
Tolérance haute										

Concordance des Tr :                      oui                       non

Concordance des Trr :                    oui                       non

Concordance globale des abondances relatives :    oui                       non

COPIE CERTIFIÉE  
CONFORME DES DONNÉES  
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

Substance caractérisée :

Fichier :

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
			100					100		
Tolérance basse										
Tolérance haute										

Concordance des Tr :                      oui                       non

Concordance des Trr :                    oui                       non

Concordance globale des abondances relatives :    oui                       non

Paraphe et code opérateur :

Partie à remplir par le responsable :

Caractérisation formelle de tous les analytes :    oui                       non

Paraphe et code opérateur :                       Date:

Observations :

*Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation de l'échantillon*





LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN -41 Version : B Date :28/10/2005 1 / 2
<b>MODE OPERATOIRE D'ANALYSE POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR CPG/C/SMRI</b>		

**COLONNE**

Type:	DB17-MS JW Scien 122.4732	
Longueur:	30m	
Diamètre interne:	0.25mm	
Epaisseur du film:	0.25µm	ASSURANCE QUALITÉ LNDD

**INJECTION**

Mode:	Splitless (insert splitless)	
Température injecteur:	280°C	
Volume injecté:	1µl-4µl	
Solvants de rinçage ALS:	Solvant A: Acétonitrile Solvant B: Hexane	APPLICABLE le

**CONDITIONS GC**

Température initiale:	70°C pendant 1 min
Gradient de température:	70->271°C à 30°C/min 271°C->281°C à 0,6°C/min 281°C pendant 3 min 281->300°C à 5°C/min
Température finale:	300°C pendant 5 min
Temps d'analyse:	45 min
Pression constante:	Ajuster le SI à environ 870s

**28 OCT. 2005**

**INTERFACE**

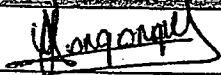
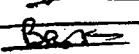

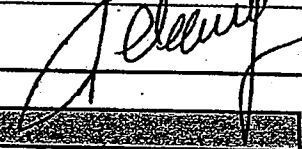
Piège à eau:	-100°C
Ligne de transfert:	350°C
Four à combustion:	850°C

**CONFIDENTIEL**

**CONDITIONS SM**

Mode d'acquisition:	ions 44, 45 et 46
Programmation de l'acquisition:	Temps d'acquisition total:2580s à 100s RG open à 130s RG close à 160s RG open à 190s RG close à 220s RG open à 250s RG close à 750s HS close à 2000s HS open à 2400s RG open à 2430s RG close à 2460s RG open à 2490s RG close à 2510s RG open à 2540s RG close

<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATEUR</b>	Codification : M-AN -41 Version : B Date :28/10/2005 2 / 2
<b>MODE OPERATOIRE D'ANALYSE POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR CPG/C/SMRI</b>		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	28/10/2005	
vérifié par	Caroline BASTIEN	28/10/2005	
vérifié par	Aurélien LAURENT	28/10/2005	
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	28/10/2005	

**EVOLUTIONS**

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	27/05/2002
A	Acceptation du projet après conversion du tr du SI en seconde, création de la version A	14/10/2002
B	Révision biennale	28/10/2005

**CONFIDENTIEL**

<b>a f l d</b> Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-INFO Version : D Date : 05/10/2006 1/1
		<b>COMPLEMENT TRANSITOIRE D'UN DOCUMENT QUALITE</b>

Cet enregistrement n'est à utiliser que si la modification est URGENTE et majeure et/ou conséquente et/ou applicable à plusieurs documents

Référence(s) du(des) document(s) qualité concerné(s) : **N-AN-41 (Vers B)**

Durée d'application de la modification:

- TEMPORAIRE, date de début d'application : ..... date de fin d'application:
- DEFINITIVE (modification à apporter dans la prochaine version du(des) doc. concerné(s))

date de début d'application: **15.01.07**

Modification apportée :

**CONFIDENTIEL**

- Pour analyser la Testastérone xule, modification des conditions Sn au niveau de la programmation de l'acquisition (N-AN41B pour l'instrument) :

100	RG open	2430	RG close
130	RG close	2460	RG open
160	RG open	2490	RG close
190	RG close	2510	RG open
220	RG open		
250	RG close		
750	HS close		
1150	HS open		
1300	HS close		
2000	HS open		

ASSURANCE QUALITÉ  
a f l d  
Département des Analyses

VISA DU RESPONSABLE TECHNIQUE:



Identification par un NUMERO. 95  
et validation de cet enregistrement par l'Assurance Qualité (tampon)

L'original de cet enregistrement est à archiver vivant à l'Assurance Qualité

54

Masslynx - Sample List

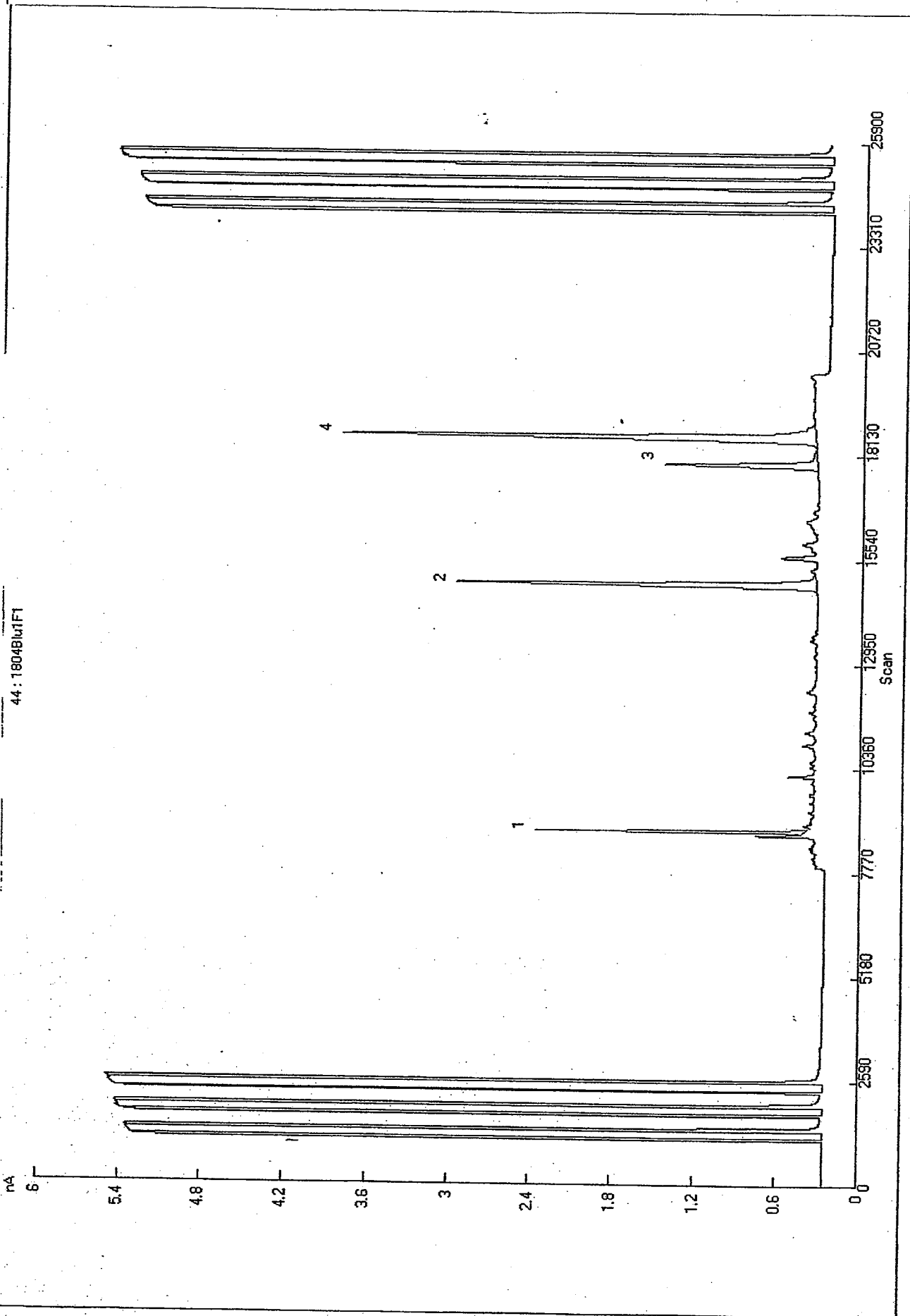
Sample List: C:\MassLynx Projects\controle2007.PRO\SampleDB\1804.spl  
Printed: Thu Apr 19 09:19:48 2007

File Name	File Text	MS File	Inlet File	Bottle	Inject Volume	Process	Process Options
1 1804stabilite1	test de stabilite	Co2 stab	Do Nothing	1	0.000	IsoPrimeDP	PrintReport
2 1804stabilite2	test de stabilite	Co2 stab	Do Nothing	1	0.000	IsoPrimeDP	PrintReport
3 1804stabilite3	test de stabilite	Co2 stab	Do Nothing	1	0.000	IsoPrimeDP	PrintReport
4 1804MixCalIRMS01	test de performance Mix Cal IRMS 005	M-AN38B	M-AN38b	1	10.000	IsoPrimeDP	PrintReport
5 1804MixCalIRMS02	test de performance Mix Cal IRMS 005	M-AN38B	M-AN38b	1	10.000	IsoPrimeDP	PrintReport
6 1804MixCalIRMS03	test de performance Mix Cal IRMS 005	M-AN38B	M-AN38b	1	10.000	IsoPrimeDP	PrintReport
7 1804MixCalAcetate01	Calibration Mix Cal Acetate 001C	M-AN41	M-AN41	2	10.000	IsoPrimeDP	PrintReport
8 1804Blu1F3	Bianc urinaire 1 pool 4 F3/40ul	M-AN41	M-AN41	3	30.000	IsoPrimeDP	PrintReport
9 1804855F3	A 993855 F3/40ul	M-AN41	M-AN41	4	30.000	IsoPrimeDP	PrintReport
10 1804855F3-2	A 993855 F3/30ul	M-AN41	M-AN41	4	30.000	IsoPrimeDP	PrintReport
11 1804Blu1F2	Bianc urinaire 1 pool 4 F2/750ul	M-AN41	M-AN41	5	20.000	IsoPrimeDP	PrintReport
12 1804855F2	A 993855 F2/580ul	M-AN41	M-AN41	6	20.000	IsoPrimeDP	PrintReport
13 1804Blu1F1	Bianc urinaire 1 pool 4 F1/60ul	M-AN41	M-AN41	7	10.000	IsoPrimeDP	PrintReport
14 1804855F1	A 993855 F1/75ul	M-AN41	M-AN41	8	10.000	IsoPrimeDP	PrintReport
15 1804Blu2F3	Bianc urinaire 2 Pool 4 F3/30ul	M-AN41	M-AN41	9	30.000	IsoPrimeDP	PrintReport
16 1804423F3	A 825423 F3/30ul	M-AN41	M-AN41	10	30.000	IsoPrimeDP	PrintReport
17 1804Blu2F2	Bianc urinaire 2 Pool 4 F2/750ul	M-AN41	M-AN41	11	20.000	IsoPrimeDP	PrintReport
18 1804423F2	A 825423 F2/400ul	M-AN41	M-AN41	12	20.000	IsoPrimeDP	PrintReport
19 1804Blu2F1	Bianc urinaire 2 Pool 4 F1/60ul	M-AN41	M-AN41	13	20.000	IsoPrimeDP	PrintReport
20 1804423F1	A 825423 F1/60ul	M-AN41	M-AN41	14	20.000	IsoPrimeDP	PrintReport
21 1804MixCalAcetate02	Calibration Mix Cal Acetate 001C	M-AN41	M-AN41	2	10.000	IsoPrimeDP	PrintReport

Séquence vérifiée par : ..... 49 / 25

Remarques : .....

55



56

# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1804Blu1F1.raw	Acquisition Date: 18/4/07 16:09
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1804.spi	Injection Volume: 10
Line: 13	Bottle:
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: Blanc urinaire 1 pool 4 F1/60ul	

Reference standard					Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None
Gas: CO2      Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Craig					
Elemental delta		Molecular delta			
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB	
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB	

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	5.06	127.7	1.1679E-02	3.8127E-03
2	5.15	187.6	1.1679E-02	3.8113E-03
3	5.20	247.7	1.1679E-02	3.8104E-03
8	5.00	2427.8	1.1680E-02	3.8102E-03
9	5.05	2487.7	1.1679E-02	3.8123E-03
10	5.20	2547.7	1.1680E-02	3.8120E-03

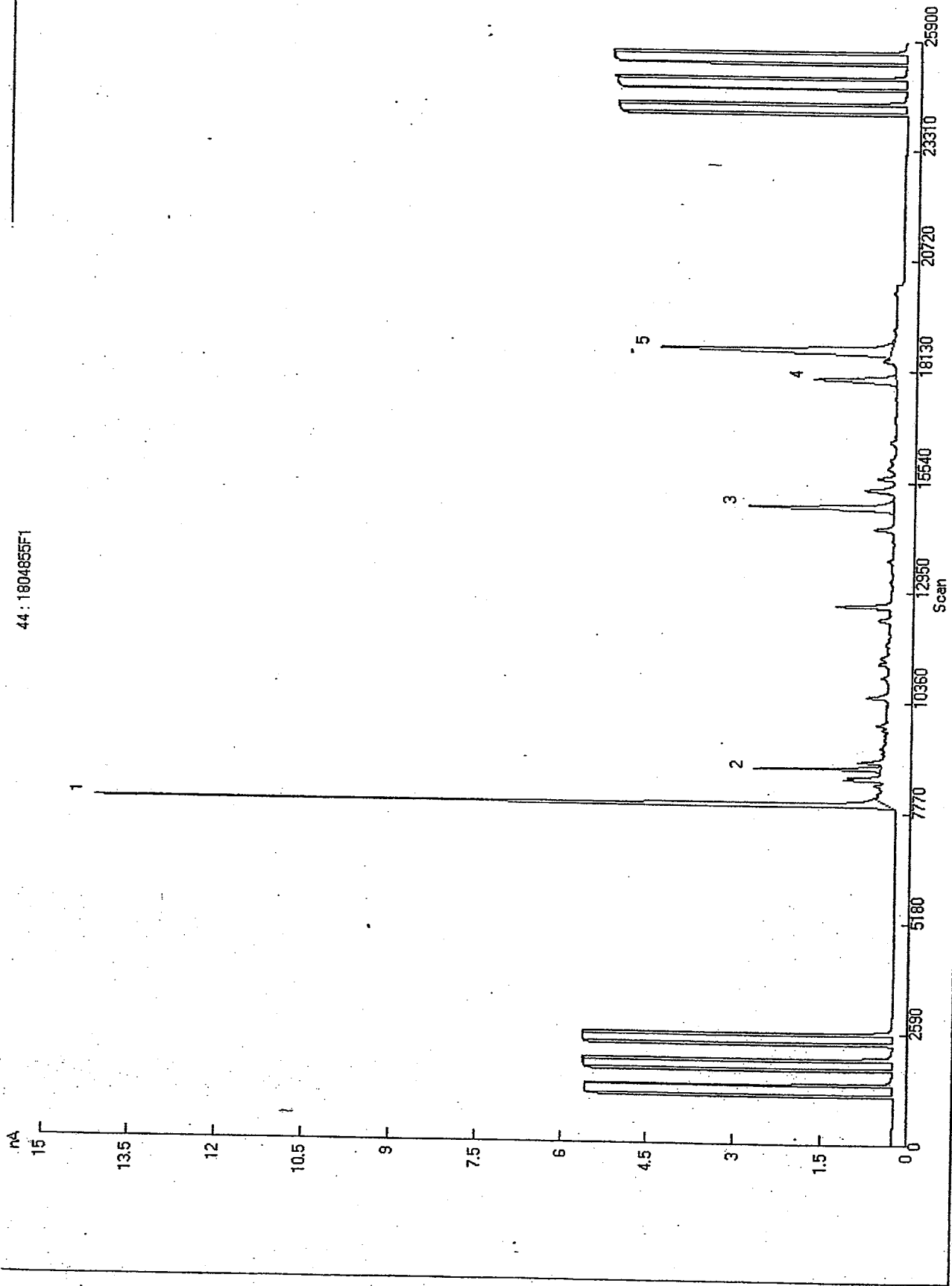
Mean: 1.1679E-02    3.8115E-03  
 Std Dev of fit (%): 0.01    0.30

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta18O w.r.t. SMOW
1	127.7	1.98	8.7734E-09	1.1731E-02	4.43	-30.76	3.6991E-03	-29.49	-48.93	-19.58
2	187.6	2.63	2.6483E-08	1.1798E-02	10.21	-25.71	3.6982E-03	-29.72	-49.18	-19.84
3	247.7	1.12	1.1571E-08	1.1788E-02	9.31	-25.71	3.6970E-03	-30.05	-49.50	-20.16
4	2547.7	3.45	4.0768E-08	1.1798E-02	10.16	-24.85	3.6992E-03	-29.45	-48.92	-19.57

57

44:1804855F1



S8



# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1804855F1.raw	Acquisition Date: 18/4/07 16:54
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1804.spl	Injection Volume: 10
Line: 14	Bottle:
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: A 993855 F1/75ul	

<b>Reference standard</b>	<b>Corrections</b>
Species: CO2 by CF (uncalibrated)	Equilibrium correction: None
Gas: CO2      Uncalibrated CO2	
Ratio type: Elemental	
Deconvolution: Craig	
Elemental delta	Molecular delta
Label:      Value:	Label:      Value:
Ratio 1: 13C      -38.3	delta 45      -34.63
Ratio 2: 18O      -20	delta 46      -20.06
	wrt: PDB

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	5.33	127.9	1.1679E-02	3.8112E-03
2	5.37	187.8	1.1679E-02	3.8104E-03
3	5.37	247.8	1.1679E-02	3.8097E-03
9	4.95	2427.7	1.1680E-02	3.8078E-03
10	4.99	2487.6	1.1680E-02	3.8109E-03
11	5.06	2547.6	1.1680E-02	3.8114E-03

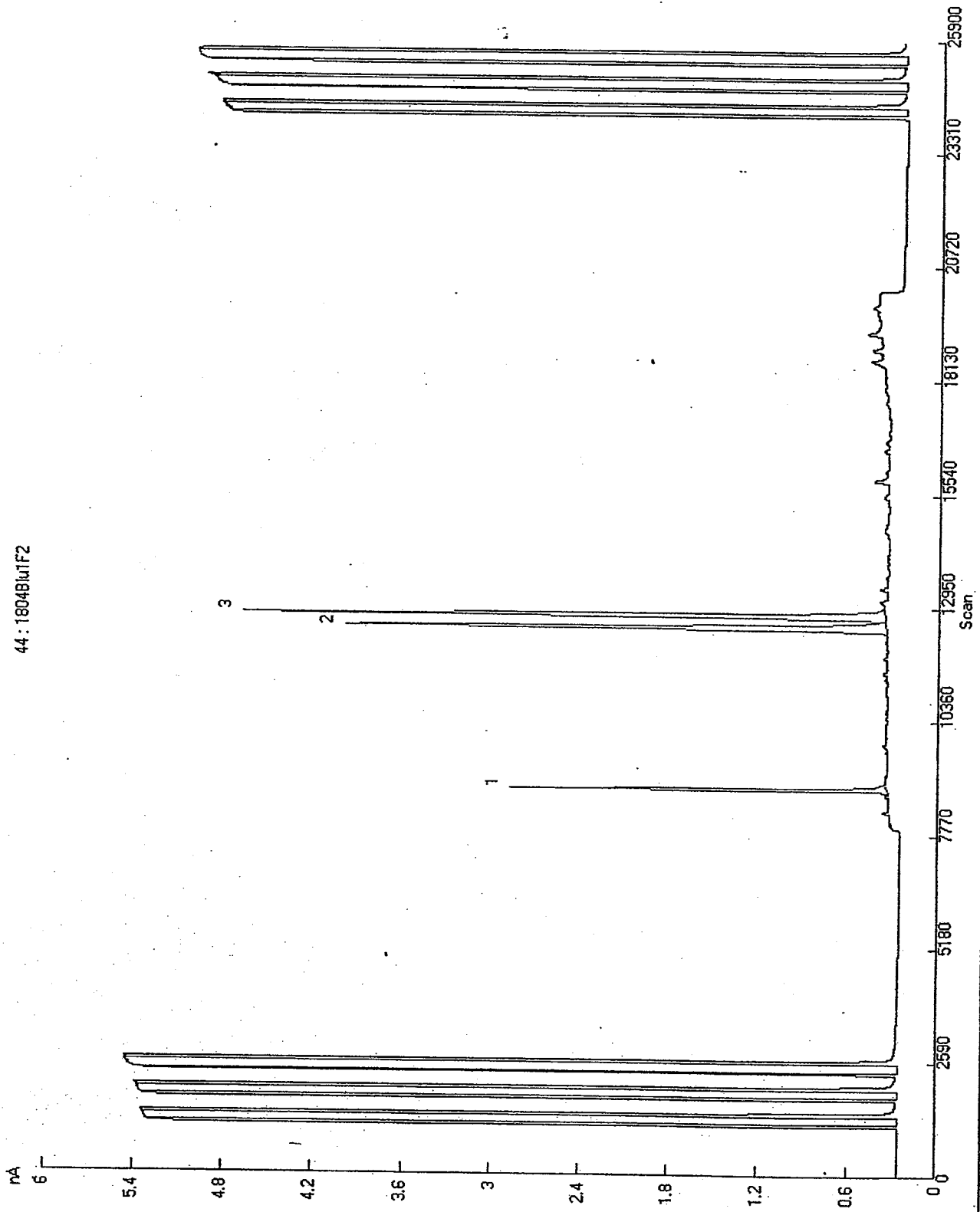
Mean: 1.1680E-02    3.8102E-03  
 Std Dev of fit (%): 0.02    0.39

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta18O w.r.t. SMOW
1	796.6	13.75	8.2314E-08	1.1672E-02	-0.61	-35.98	3.7012E-03	-28.63	-48.08	-18.71
2	818.5	2.19	1.0486E-08	1.1732E-02	4.47	-30.72	3.6991E-03	-29.19	-48.65	-19.29
3	819.5	2.52	2.3997E-08	1.1804E-02	10.67	-24.33	3.6979E-03	-29.49	-48.95	-19.60
4	1795.8	1.44	1.4902E-08	1.1787E-02	9.23	-25.81	3.6969E-03	-29.74	-49.20	-19.86
5	1866.7	3.99	4.8203E-08	1.1803E-02	10.56	-24.45	3.6991E-03	-29.16	-48.63	-19.27

59

44:180481.F2



60

# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1804Blu1F2.raw	Acquisition Date: 18/4/07 14:40
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1804.spl	Injection Volume: 20
Line: 11	Bottle:
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: Blanc urinaire 1 pool 4 F2/750u	

<b>Reference standard</b>					<b>Corrections</b>	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2      Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
Elemental delta					Molecular delta	
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:		
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB		
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB		

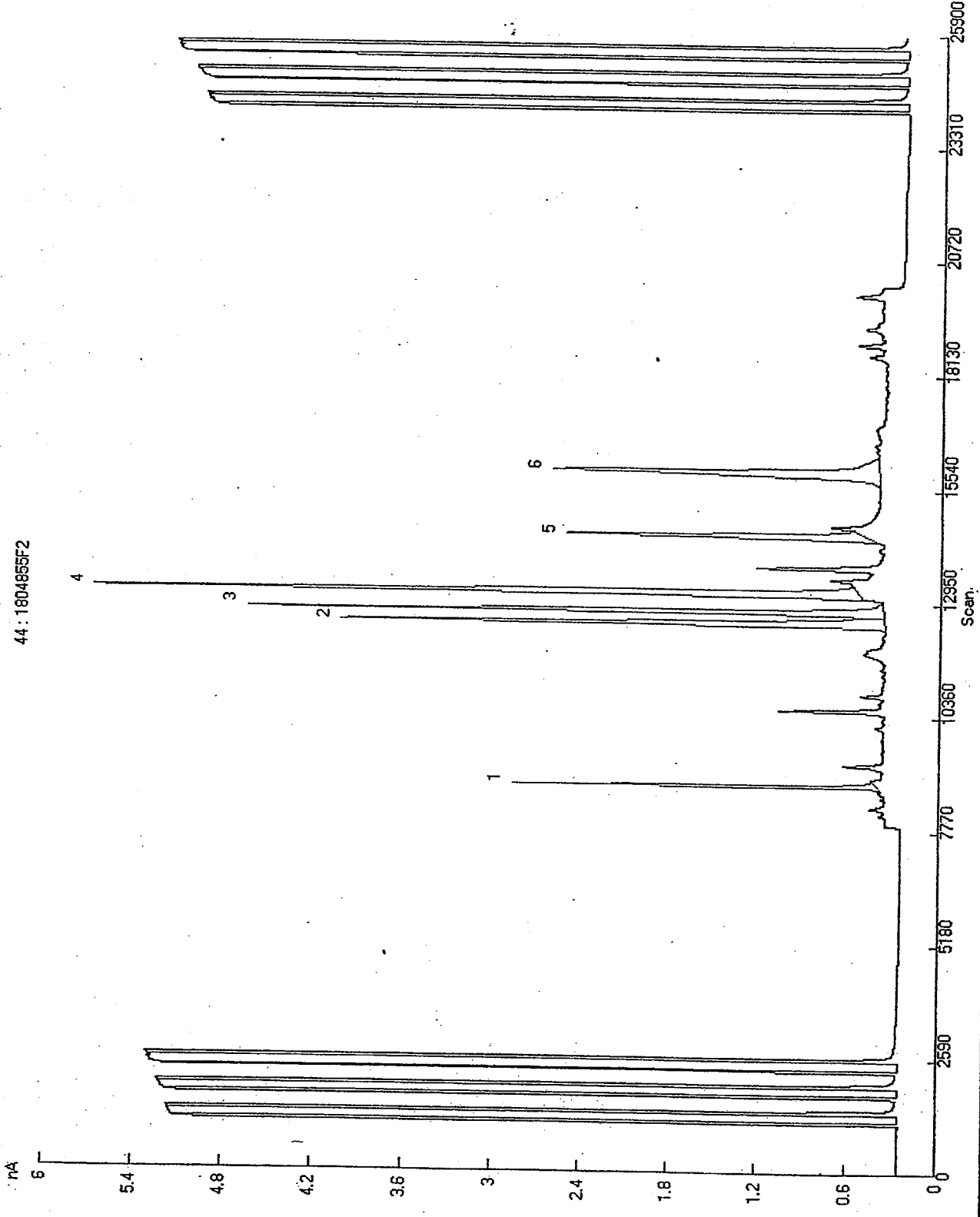
Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	5.06	127.7	1.1680E-02	3.8116E-03
2	5.10	187.6	1.1680E-02	3.8108E-03
3	5.16	247.6	1.1681E-02	3.8091E-03
7	4.58	2427.4	1.1679E-02	3.8073E-03
8	4.63	2487.3	1.1679E-02	3.8094E-03
9	4.76	2547.3	1.1679E-02	3.8114E-03

Mean: 1.1680E-02    3.8099E-03  
 Std Dev of fit (%): 0.05    0.45

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta18O w.r.t. SMOW
1	127.7	2.53	1.2188E-08	1.1735E-02	4.69	-30.948	3.6965E-03	-29.83	-49.27	-19.93
2	187.6	3.64	3.1348E-08	1.1792E-02	9.62	-25.214	3.6980E-03	-29.39	-48.86	-19.50
3	247.6	4.32	3.4469E-08	1.1801E-02	10.38	-24.663	3.6988E-03	-29.18	-48.64	-19.29

61



44:1804855F2

62

# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1804855F2.raw	Acquisition Date: 18/4/07 15:25
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1804.spl	Injection Volume: 20
Line: 12	Bottle:
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: A 993855 F2/580ul	

Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2      Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
Elemental delta						
Label:	Value:	Molecular delta	Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	delta 45	-34.63	PDB	
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	delta 46	-20.06	PDB	

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.88	127.5	1.1679E-02	3.8119E-03
2	4.94	187.4	1.1679E-02	3.8106E-03
3	5.02	247.4	1.1680E-02	3.8091E-03
10	4.68	2427.5	1.1679E-02	3.8083E-03
11	4.76	2487.4	1.1679E-02	3.8105E-03
12	4.90	2547.5	1.1678E-02	3.8124E-03

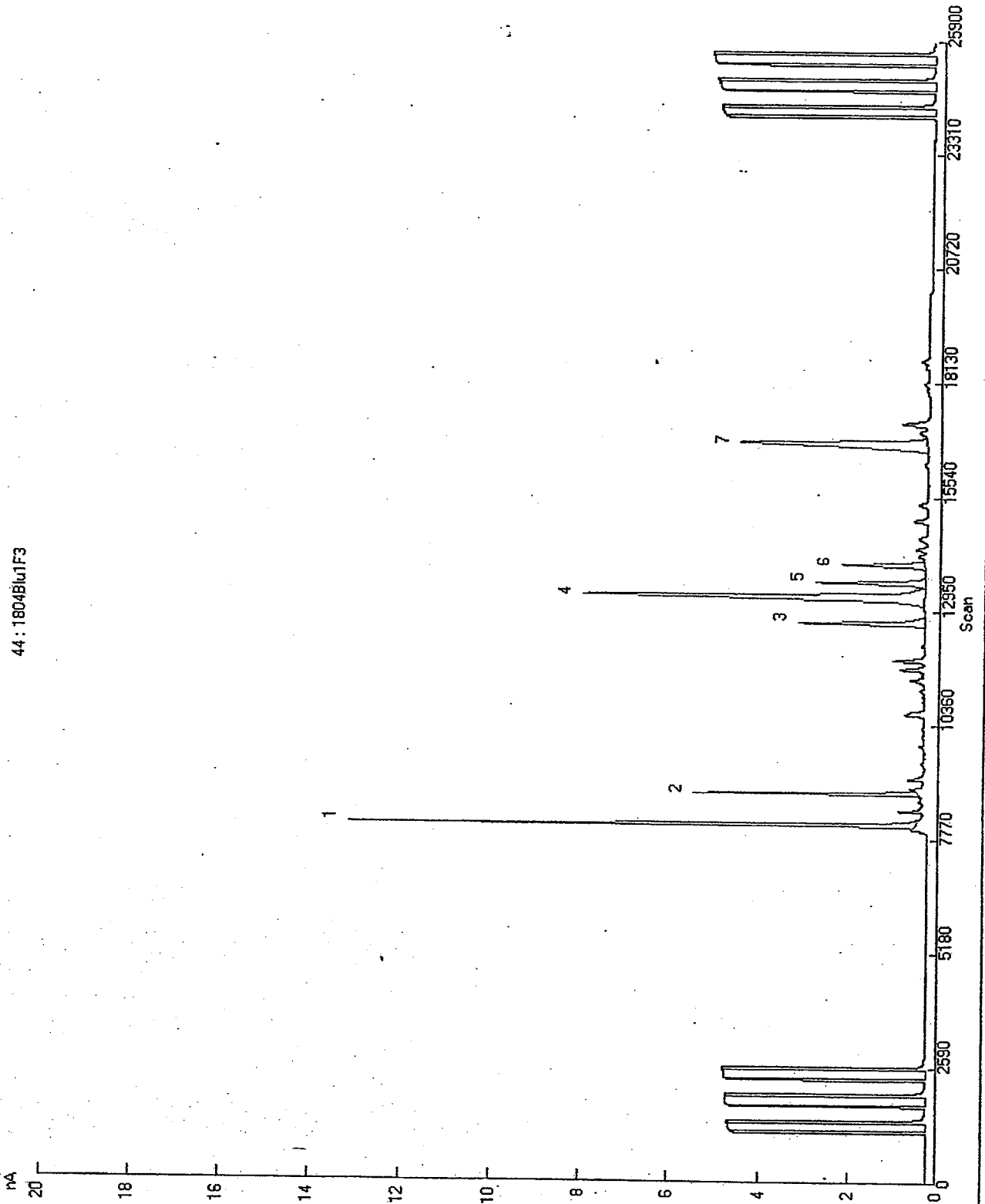
Mean: 1.1679E-02    3.8105E-03  
 Std Dev of fit (%): 0.02    0.46

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	127.5	2.46	1.1566E-08	1.1736E-02	4.89	-30.29	3.6994E-03	-29.16	-48.61	-19.25
2	187.4	3.63	3.3585E-08	1.1780E-02	8.64	-26.43	3.6996E-03	-29.09	-48.56	-19.20
3	247.4	4.20	3.1555E-08	1.1783E-02	8.93	-26.13	3.6999E-03	-29.03	-48.50	-19.13
4	1322.6	5.14	5.0574E-08	1.1698E-02	1.61	-33.67	3.6997E-03	-29.07	-48.52	-19.16
5	1452.6	2.03	2.0042E-08	1.1726E-02	4.04	-31.15	3.6971E-03	-29.75	-49.19	-19.85
6	1598.4	2.21	3.2016E-08	1.1739E-02	5.14	-30.00	3.6954E-03	-30.20	-49.63	-20.30

63

44:1804B1d1F3



64

# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1804Blu1F3.raw	Acquisition Date: 18/4/07 12:17
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1804.spl	Injection Volume: 30
Line: 8	Bottle:
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: Blanc urinaire 1 pool 4 F3/40ul	

Reference standard					Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None
Gas: CO2      Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Craig					
		Elemental delta	Molecular delta		
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB	
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB	

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.43	127.1	1.1678E-02	3.8119E-03
2	4.48	186.9	1.1678E-02	3.8117E-03
3	4.52	247.0	1.1679E-02	3.8109E-03
11	4.74	2427.5	1.1679E-02	3.8087E-03
12	4.80	2487.4	1.1679E-02	3.8117E-03
13	4.94	2547.5	1.1679E-02	3.8123E-03

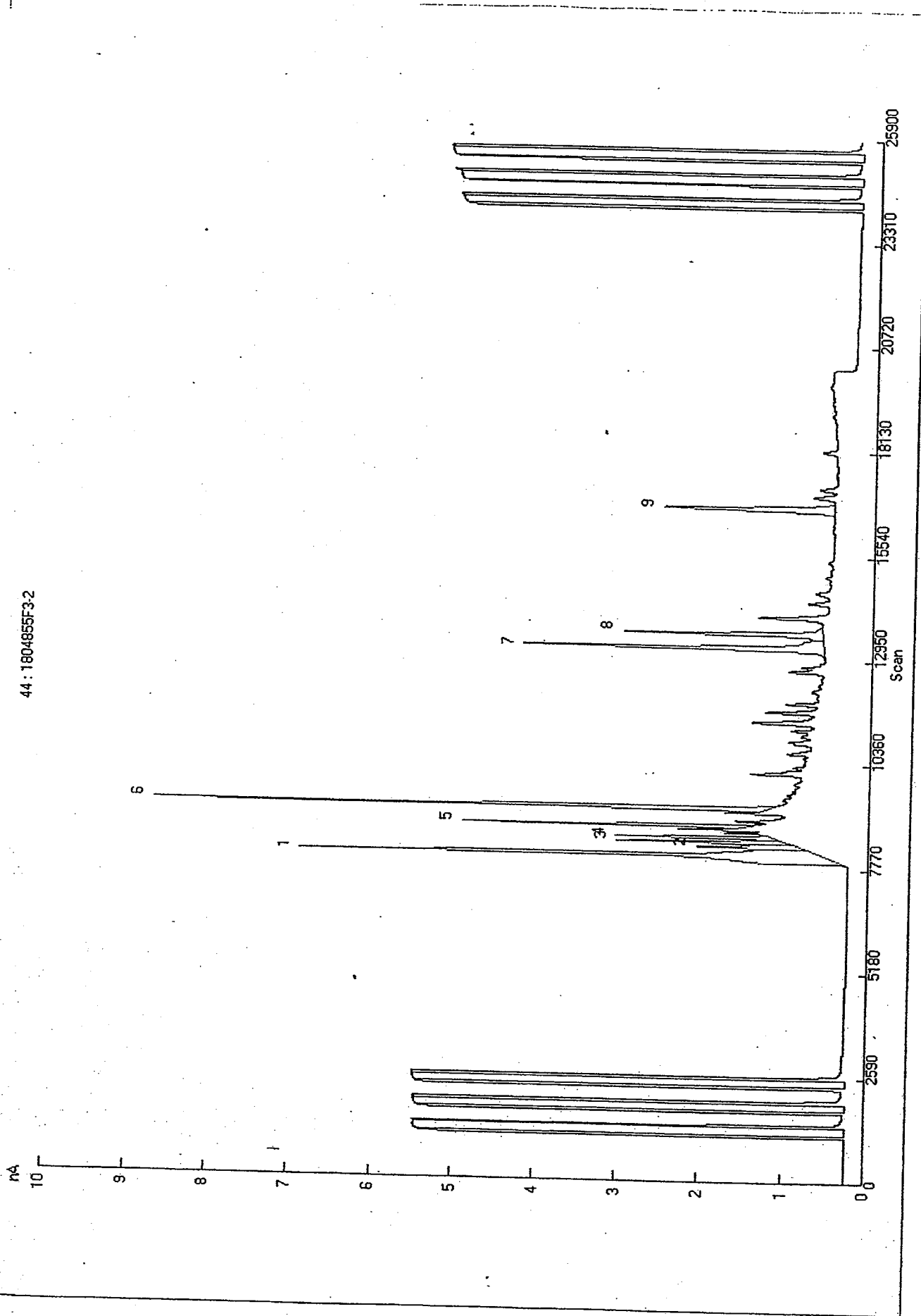
Mean: 1.1679E-02    3.8112E-03  
 Std Dev of fit (%): 0.02    0.37

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta18O w.r.t. SMOW
1	810.4	12.62	6.0792E-08	1.1795E-02	9.95	-25.10	3.7022E-03	-28.65	-48.13	-18.75
2	1268.8	5.02	2.3956E-08	1.1730E-02	4.44	-27.91	3.6981E-03	-29.45	-48.90	-19.55
3	1333.8	2.90	2.2775E-08	1.1763E-02	7.19	-27.91	3.6986E-03	-29.56	-49.01	-19.67
4	1363.1	7.66	8.6892E-08	1.1768E-02	7.68	-27.91	3.7004E-03	-29.07	-48.54	-19.17
5	1363.1	2.49	1.8358E-08	1.1762E-02	7.11	-27.91	3.6979E-03	-29.73	-49.18	-19.84
6	1402.4	1.90	1.5030E-08	1.1772E-02	7.97	-27.10	3.6972E-03	-29.91	-49.36	-20.02
7	1402.4	4.19	5.5672E-08	1.1777E-02	8.43	-27.91	3.6990E-03	-29.42	-48.88	-19.52

65

44:1804855F3-2





# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1804855F3-2.raw	Acquisition Date: 18/4/07 13:55
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1804.spt	Injection Volume: 30
Line: 10	Bottle:
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: A 993855 F3/30ul	

Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2      Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
Elemental delta					Molecular delta	
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:		
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB		
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB		

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	5.21	128.0	1.1681E-02	3.8092E-03
2	5.21	187.8	1.1681E-02	3.8091E-03
3	5.23	247.8	1.1681E-02	3.8086E-03
13	4.84	2427.6	1.1681E-02	3.8080E-03
14	4.88	2487.6	1.1681E-02	3.8111E-03
15	4.99	2547.6	1.1681E-02	3.8113E-03

Mean: 1.1681E-02      3.8096E-03  
 Std Dev of fit (%): 0.02      0.34

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	810.8	6.34	6.4032E-08	1.1753E-02	6.15	-29.00	3.6986E-03	-29.05	-48.51	-19.15
2	831.1	1.24	9.5410E-09	1.1738E-02	4.89	-30.29	3.6985E-03	-29.10	-48.56	-19.20
3	843.5	2.05	1.1540E-08	1.1771E-02	7.69	-27.41	3.6983E-03	-29.14	-48.60	-19.24
4	855.3	1.92	9.0496E-09	1.1706E-02	2.12	-33.14	3.6980E-03	-29.22	-48.67	-19.32
5	883.3	3.46	1.5688E-08	1.1734E-02	4.53	-30.66	3.6978E-03	-29.27	-48.72	-19.36
6	927.8	7.47	3.9805E-08	1.1686E-02	0.44	-34.88	3.6983E-03	-29.16	-48.61	-19.25
7	932.3	3.64	3.4077E-08	1.1737E-02	4.80	-30.38	3.6974E-03	-29.45	-48.90	-19.55
8	938.5	2.42	1.9584E-08	1.1732E-02	4.37	-30.82	3.6975E-03	-29.43	-48.88	-19.53
9	965.3	2.06	2.1509E-08	1.1780E-02	8.49	-28.57	3.6970E-03	-29.59	-49.04	-19.70

67

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-CC-10 Version : C Date : 09/05/2006 1/2
<b>VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CONFIRMATION CG/C/IRMS</b>		

Numéro d'échantillon : ..... A 993855 ..... A 825423

Numéro d'identification de l'appareil : ..... IsoPrime 2

Instruction de confirmation : ..... I - CONF 31

**1. Tune**

Spécification : plateau du peak Centre  $\geq 10$  V

Tune conforme :            oui             non

**2. Stabilité de l'instrument**

Spécification: écart mesuré entre valeur maximale et valeur minimale du ratio 2/1  $\leq 0.5$  %

Stabilité conforme :        oui             non

**3. Précision de l'instrument**

Code de la solution Mix Cal IRMS: ..... 005

**Valeurs obtenues (%) pour 3 injections:**

	Décane	Undécane	Dodécane	Méthyldécanoate
Moyenne	-32,75	-28,14	-32,01	-31,09
Ecart-type	0,09	0,07	0,07	0,19

Spécification: écart-type d'au moins 3 alcanes  $\leq 0.5$  %

Précision conforme :        oui             non

68

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-CC-10 Version : C Date : 09/05/2006 2/2
<b>VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CONFIRMATION CG/C/IRMS</b>		

**4. Calibration de l'instrument**

Code de la solution Mix Cal Acétate:.....CC1C.....

Valeurs obtenues (‰):

	5a Androstanol AC	Etiocolanolone AC	5b Androstanediol diAC	11 Kétoetiocolanolone AC
1804 Mix Cal Acétate 01	-30,68	-19,92	-33,56	-16,25
1804 Mix Cal Acétate 02	-31,29	-20,23	-33,77	-16,25

Intervalle de valeurs acceptables:

	5a Androstanol AC	Etiocolanolone AC	5b Androstanediol diAC	11 Kétoetiocolanolone AC
Valeurs théoriques	-30.46	-19.91	-33.81	-16.30
Valeurs théoriques + 0.5%	-29.96	-19.41	-33.31	-15.80
Valeurs théoriques - 0.5%	-30.96	-20.41	-34.31	-16.80


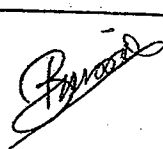
Résultats conformes :      oui       non

~~Résultats : CONFORME / NON CONFORME~~

Rayer la mention inutile

Observations:

Validation

Opérateur		Responsable	
Date	Code et Visa	Date	Code et Visa
19/04/07	49 	19/04/07	10 

*Cet enregistrement est à transmettre au responsable du secteur confirmation concerné  
puis à archiver vivant dans le dossier matériel de l'appareil concerné dans la section correspondante.*

69

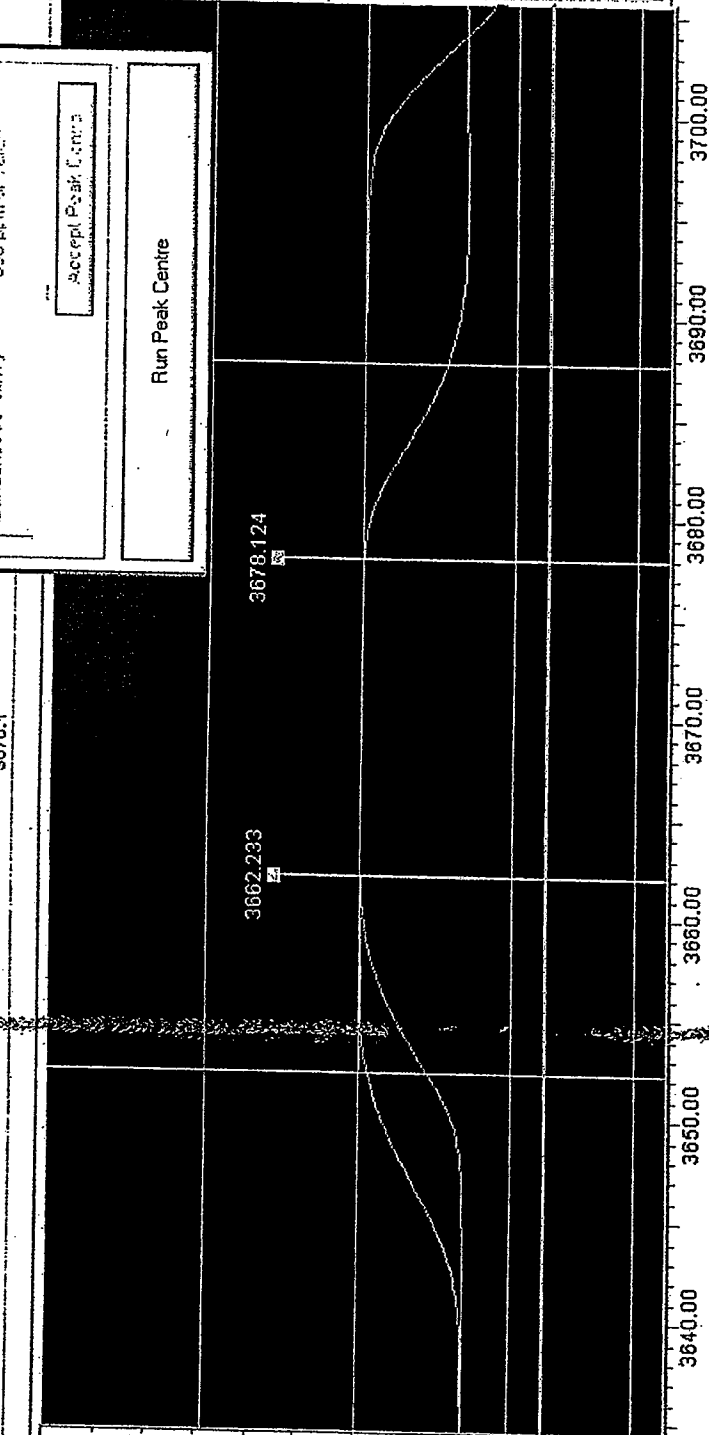
18/04/2007

Peak Center

isoPrime - Peak Display

File

1.00e0  
58.38  
3670.1



Peak Centre Results

Peak Centre: 04/18/07 09:09:40  
Centre 3663.14 V Change: 0.00 V  
Reasm 4.701456 (M1) A  
Focus 0.537  
Preoffset: 124.3  
Abundance: sensitivity 355 print of Total

Accept Peak Centre

Run Peak Centre

Major  
Minor2  
Minor1  
AVdul  
FID

-14.31

70

# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1804stabilite1.raw	Acquisition Date: 18/4/07 9:07
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1804.spl	Injection Volume: 0
Line: 1	Bottle: 1
MS file: Co2 stab	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: Do Nothing	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: test de stabilite	

Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2      Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
Elemental delta						
Label:	Value:	Molecular delta	Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	delta 45	-34.63	PDB	
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	delta 46	-20.06	PDB	

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	3.99	36.6	1.1682E-02	3.8095E-03
2	4.01	96.4	1.1682E-02	3.8096E-03
3	4.03	156.4	1.1682E-02	3.8096E-03
4	4.05	216.5	1.1682E-02	3.8093E-03
5	4.09	276.5	1.1682E-02	3.8088E-03
6	4.12	336.5	1.1682E-02	3.8082E-03
7	4.19	396.6	1.1682E-02	3.8080E-03
8	4.23	456.6	1.1682E-02	3.8074E-03
9	4.24	516.6	1.1681E-02	3.8077E-03
10	4.24	576.7	1.1681E-02	3.8078E-03

Mean: 1.1682E-02    3.8086E-03  
 Std Dev of fit (%): 0.02    0.09

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW

71

# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1804stabilite2.raw	Acquisition Date: 18/4/07 9:18
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1804.spl	Injection Volume: 0
Line: 2	Bottle: 1
MS file: Co2 stab	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: Do Nothing	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: test de stabilite	

Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2      Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
Elemental delta						
	Label:	Value:	Molecular delta	Label:	Value:	wrt:
Ratio 1:	13C	-36.3	delta 45	-34.63		PDB
Ratio 2:	18O	-20	delta 46	-20.06		PDB

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.25	36.8	1.1681E-02	3.8081E-03
2	4.26	96.7	1.1681E-02	3.8082E-03
3	4.28	156.8	1.1681E-02	3.8084E-03
4	4.30	216.8	1.1681E-02	3.8084E-03
5	4.33	276.8	1.1681E-02	3.8083E-03
6	4.36	336.9	1.1681E-02	3.8082E-03
7	4.39	396.9	1.1681E-02	3.8082E-03
8	4.43	456.9	1.1681E-02	3.8081E-03
9	4.46	517.0	1.1681E-02	3.8082E-03
10	4.50	577.0	1.1681E-02	3.8081E-03

Mean: 1.1681E-02    3.8082E-03  
 Std Dev of fit (%): 0.01    0.03

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW

# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1804stabilite3.raw	Acquisition Date: 18/4/07 9:29
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1804.spl	Injection Volume: 0
Line: 3	Bottle: 1
MS file: Co2 stab	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: Do Nothing	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: test de stabilite	

Reference standard					Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None
Gas: CO2 Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Craig					
Elemental delta		Molecular delta			
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB	
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB	

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.56	37.1	1.1680E-02	3.8081E-03
2	4.59	97.1	1.1681E-02	3.8080E-03
3	4.64	157.1	1.1681E-02	3.8080E-03
4	4.67	217.2	1.1681E-02	3.8081E-03
5	4.72	277.2	1.1681E-02	3.8078E-03
6	4.76	337.3	1.1681E-02	3.8079E-03
7	4.82	397.3	1.1681E-02	3.8073E-03
8	4.90	457.3	1.1681E-02	3.8069E-03
9	4.94	517.4	1.1681E-02	3.8068E-03
10	4.98	577.4	1.1681E-02	3.8067E-03

Mean: 1.1681E-02 3.8076E-03  
 Std Dev of fit (%): 0.01 0.06

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW

73

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN-38B Version : A Date : 25/01/2006 1 / 2
ANALYSE DU MIX ALCANE POUR LE CONTRÔLE DE ISOPRIME 2		

Appareil concerné: Isoprime 2

COLONNE :  
 Type : DB17-MS JW Scien 122.4732  
 Longueur : 30 m  
 Diamètre interne : 0,25 mm  
 Epaisseur du film : 0,25 µm

INJECTION :  
 Mode : Split Ratio: 1:20:30  
 Température : 280 °C  
 Volume injecté : 2 µl  
 ASSURANCE QUALITE  
 LNDD  
*AP*  
*18/04/06*

CONDITION GC :  
 Température initiale : 100°C pendant 4 min  
 Gradient de température: 100°C->150°C à 15°C/min  
 150°C->200°C à 30°C/min  
 Température finale : 200 °C pendant 1 min  
 Pression He constante : tr Décane environ 190 s

INTERFACE :  
 Piège à eau: -100°C  
 Four à combustion : 850°C  
 Ligne de transfert : 350°C

**CONFIDENTIEL**

CONDITIONS MS :  
 Mode d'acquisition : SIM sur les ions 44, 45 et 46  
 Programmation de l'acquisition: Temps d'acquisition total: 840s  
 à 20s RG open  
 à 50s RG close  
 à 80s RG open  
 à 110s RG close  
 à 160 HS close  
 à 600s HS open  
 à 720s RG open  
 à 750s RG close  
 à 780s RG open  
 à 810s RG open  
 Délai avant fin de l'acquisition: 30s

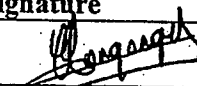



APPLICABLE le

25 JAN. 2006

74



<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATOIRE</b>	Codification : M-AN-38B Version : A Date :25/01/2006 2 / 2
<b>ANALYSE DU MIX ALCANE POUR LE CONTRÔLE DE ISOPRIME 2</b>		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	13/01/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	25/01/2006	
vérifié par	Aurélie LAURENT	25/01/2006	
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	25/01/2006	

<b>EVOLUTIONS</b>
-------------------

N° Version	Motif	Date
A	Création du document.	25/01/2006

**CONFIDENTIEL**

75

# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1804MixCalIRMS01.raw	Acquisition Date: 18/4/07 9:50
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1804.spl	Injection Volume: 10
Line: 4	Bottle: 1
MS file: M-AN38B	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN38b	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: test de performance Mix Cal IRMS 005	

Reference standard					Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None
Gas: CO2 <sup>1</sup> Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Craig					
Elemental delta		Molecular delta			
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB	
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB	

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.96	47.7	1.1680E-02	3.8108E-03
2	5.01	107.5	1.1680E-02	3.8110E-03
7	5.22	747.9	1.1680E-02	3.8104E-03
8	5.23	807.7	1.1680E-02	3.8110E-03

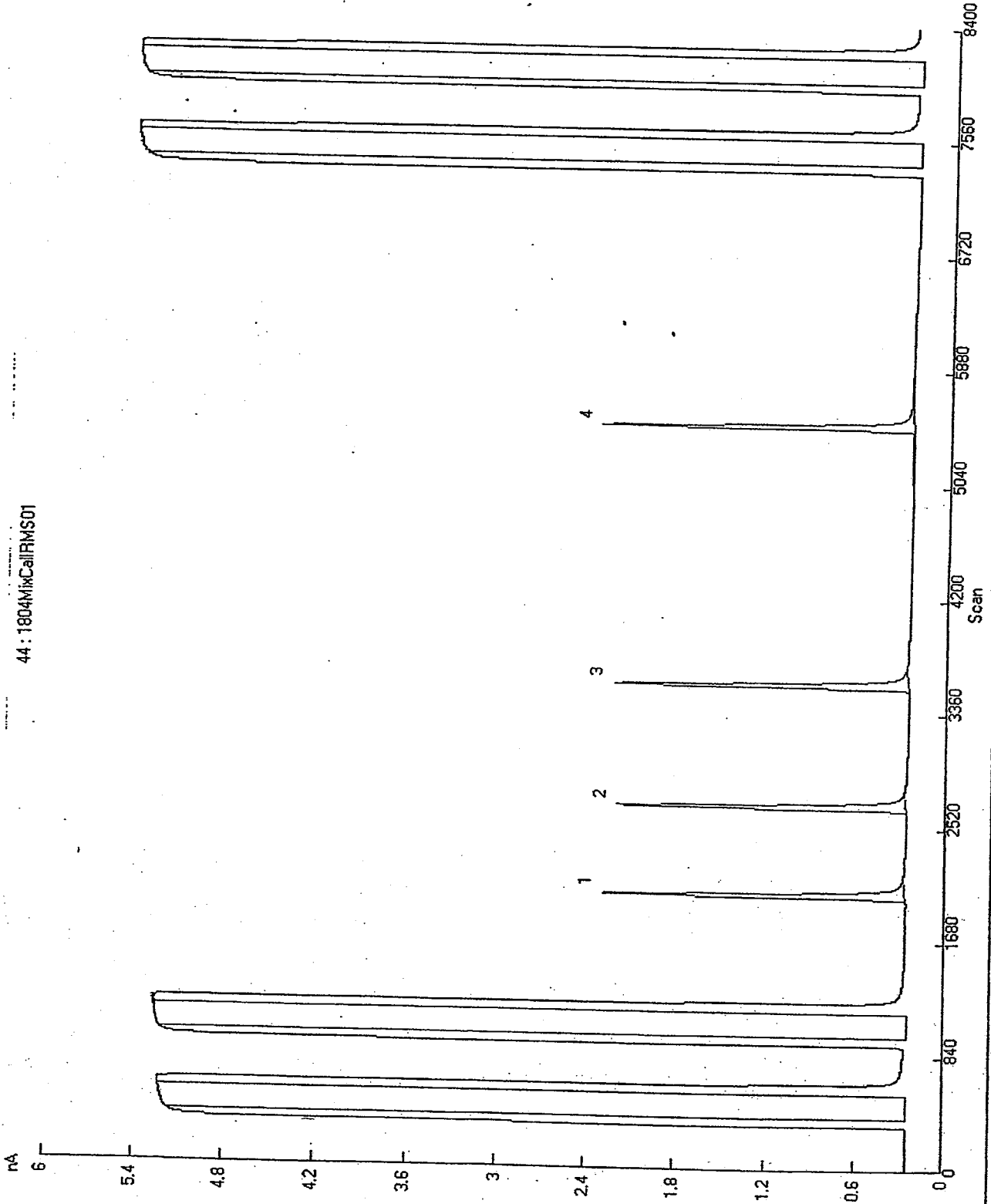
Mean: 1.1680E-02    3.8108E-03  
 Std Dev of fit (%): 0.01    0.09

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	202.4	2.03	6.7933E-09	1.1709E-02	2.48	-32.77	3.6993E-03	-29.27	-48.72	-19.36
2	267.8	1.94	6.6156E-09	1.1762E-02	7.04	-28.06	3.6983E-03	-29.53	-48.99	-19.64
3	357.2	1.98	6.7761E-09	1.1718E-02	3.22	-32.00	3.6977E-03	-29.68	-49.13	-19.78
4	547.4	2.09	7.0786E-09	1.1730E-02	4.23	-30.95	3.6975E-03	-29.72	-49.16	-19.82

76

44: 1804MixCallRMS01



17

# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1804MixCalIRMS02.raw	Acquisition Date: 18/4/07 10:06
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1804.spl	Injection Volume: 10
Line: 5	Bottle: 1
MS file: M-AN38B	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN38b	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: test de performance Mix Cal IRMS 005	

Reference standard					Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None
Gas: CO2      Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Craig					
Elemental delta					
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB	
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB	

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	5.21	47.9	1.1681E-02	3.8099E-03
2	5.22	107.8	1.1681E-02	3.8093E-03
7	5.33	748.0	1.1681E-02	3.8102E-03
8	5.34	807.8	1.1681E-02	3.8106E-03

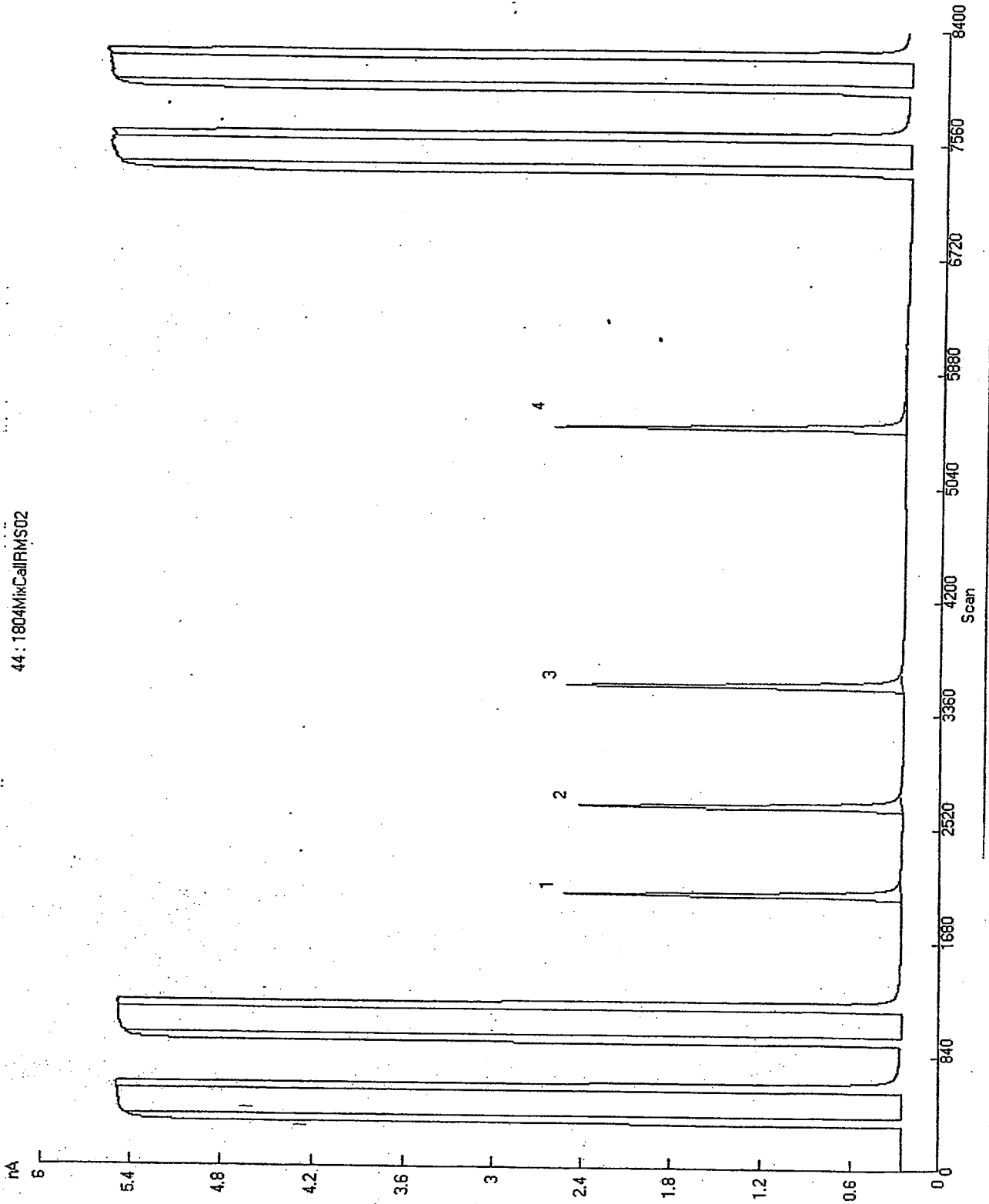
Mean: 1.1681E-02    3.8100E-03  
 Std Dev of fit (%): 0.01    0.10

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta18O w.r.t. SMOW
1	202.5	2.25	7.3919E-09	1.1709E-02	2.42	-32.83	3.6980E-03	-29.32	-48.77	-19.42
2	267.7	2.17	7.3574E-09	1.1762E-02	6.95	-28.16	3.6970E-03	-28.60	-49.06	-19.71
3	357.0	2.25	7.6244E-09	1.1719E-02	3.26	-31.95	3.6959E-03	-29.93	-49.36	-20.03
4	547.4	2.35	7.9488E-09	1.1730E-02	4.17	-31.01	3.6958E-03	-30.00	-49.44	-20.10

78

44: 1804MrCallRMS02



79

# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1804MixCalIRMS03.raw	Acquisition Date: 18/4/07 10:22
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1804.spl	Injection Volume: 10
Line: 6	Bottle: 1
MS file: M-AN38B	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN38b	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: test de performance Mix Cal IRMS 005	

Reference standard					Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None
Gas: CO2      Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Craig					
Elemental delta		Molecular delta			
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB	
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB	

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	5.35	48.0	1.1681E-02	3.8093E-03
2	5.33	107.9	1.1681E-02	3.8089E-03
7	5.29	748.1	1.1682E-02	3.8103E-03
8	5.35	807.9	1.1682E-02	3.8101E-03

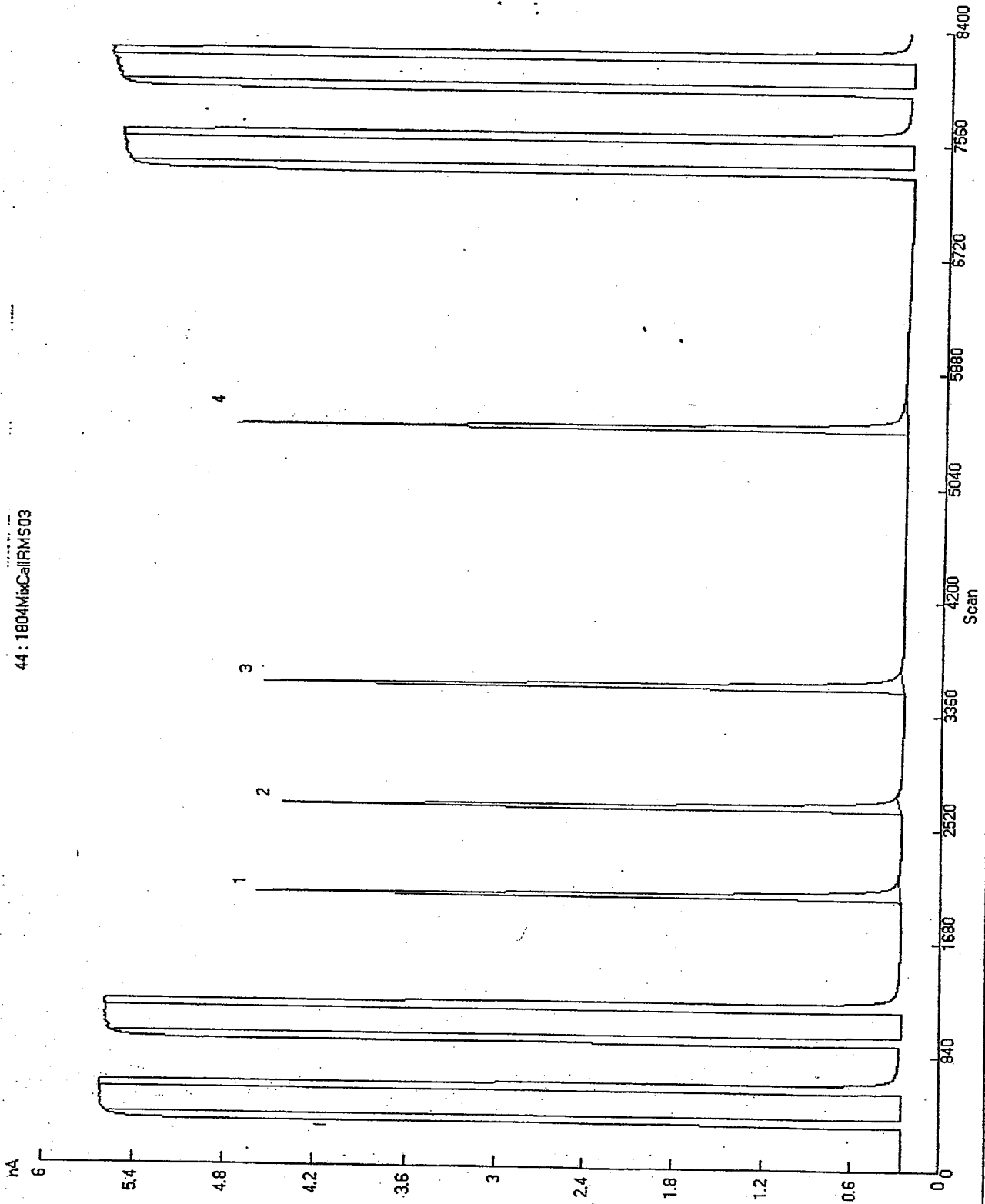
Mean: 1.1681E-02    3.8097E-03  
 Std Dev of fit (%): 0.01    0.08

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	202.2	4.31	1.3585E-08	1.1711E-02	2.58	-32.66	3.6975E-03	-29.36	-48.81	-19.45
2	267.6	4.15	1.3693E-08	1.1762E-02	6.91	-28.20	3.6973E-03	-29.44	-48.89	-19.54
3	357.2	4.29	1.4511E-08	1.1718E-02	3.14	-32.09	3.6965E-03	-29.67	-49.11	-19.77
4	547.5	4.50	1.4634E-08	1.1727E-02	3.90	-31.31	3.6975E-03	-29.49	-48.94	-19.59

80

44 : 1804MixCallRMS03



81

# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1804MixCalAcetate01.raw	Acquisition Date: 18/4/07 10:38
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1804.spl	Injection Volume: 10
Line: 7	Bottle: 2
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: Calibration Mix Cal Acetate 001C	

Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2      Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
Elemental delta						
	Label:	Value:	Molecular delta	Label:	Value:	wrt:
Ratio 1:	13C	-36.3	delta 45	-34.63		PDB
Ratio 2:	18O	-20	delta 46	-20.06		PDB

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	5.42	128.0	1.1681E-02	3.8100E-03
2	5.41	187.9	1.1681E-02	3.8093E-03
3	5.38	247.9	1.1681E-02	3.8088E-03
8	4.79	2427.5	1.1680E-02	3.8102E-03
9	4.83	2487.5	1.1680E-02	3.8108E-03
10	4.96	2547.5	1.1680E-02	3.8110E-03

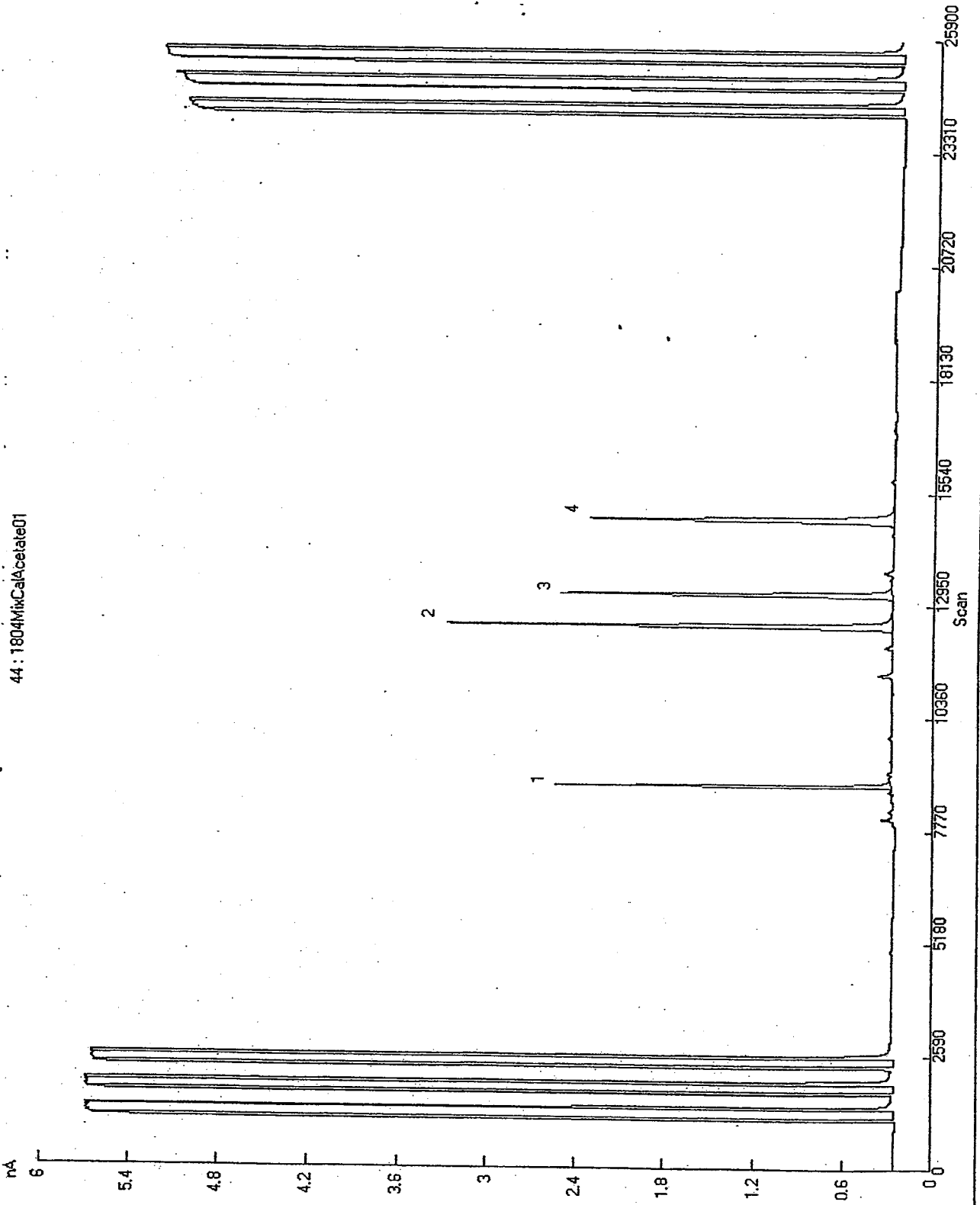
Mean: 1.1681E-02    3.8100E-03  
 Std Dev of fit (%): 0.01    0.14

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	881.0	2.26	1.0671E-08	1.1733E-02	4.51	-30.68	3.6983E-03	-29.26	-48.71	-19.35
2	1249.0	3.01	2.2808E-08	1.1855E-02	14.94	-19.92	3.6968E-03	-29.71	-49.18	-19.83
3	1321.6	2.23	1.6417E-08	1.1700E-02	1.70	-33.56	3.6966E-03	-29.76	-49.20	-19.86
4	1494.6	2.08	1.9316E-08	1.1897E-02	18.51	-16.25	3.6980E-03	-29.41	-48.90	-19.54



44 : 1804MixCalAcetate01



83

# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1804MixCalAcetate02.raw  
 Project: controle2007.PRO  
 Sample list: 1804.sp  
 Line: 21  
 MS file: M-AN41  
 Inlet: GC-combustion  
 Inlet file: M-AN41  
 Sample ID:  
 Description: Calibration Mix Cal Acetate 001C

Acquisition Date: 18/4/07 23:10  
 Weight: 0.00  
 Injection Volume: 10  
 Bottle: 2  
 Type:  
 Standard:  
 Slot Number: JB 251  
 Run Index:

Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2      Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
Elemental delta					Molecular delta	
Label:	Value:		Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1: 13C	-36.3		delta 45	-34.63	PDB	
Ratio 2: 18O	-20		delta 46	-20.06	PDB	

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	5.28	127.9	1.1680E-02	3.8103E-03
2	5.33	187.8	1.1680E-02	3.8095E-03
3	5.36	247.8	1.1680E-02	3.8086E-03
8	4.97	2427.7	1.1680E-02	3.8098E-03
9	5.02	2487.6	1.1680E-02	3.8111E-03
10	5.14	2547.7	1.1680E-02	3.8111E-03

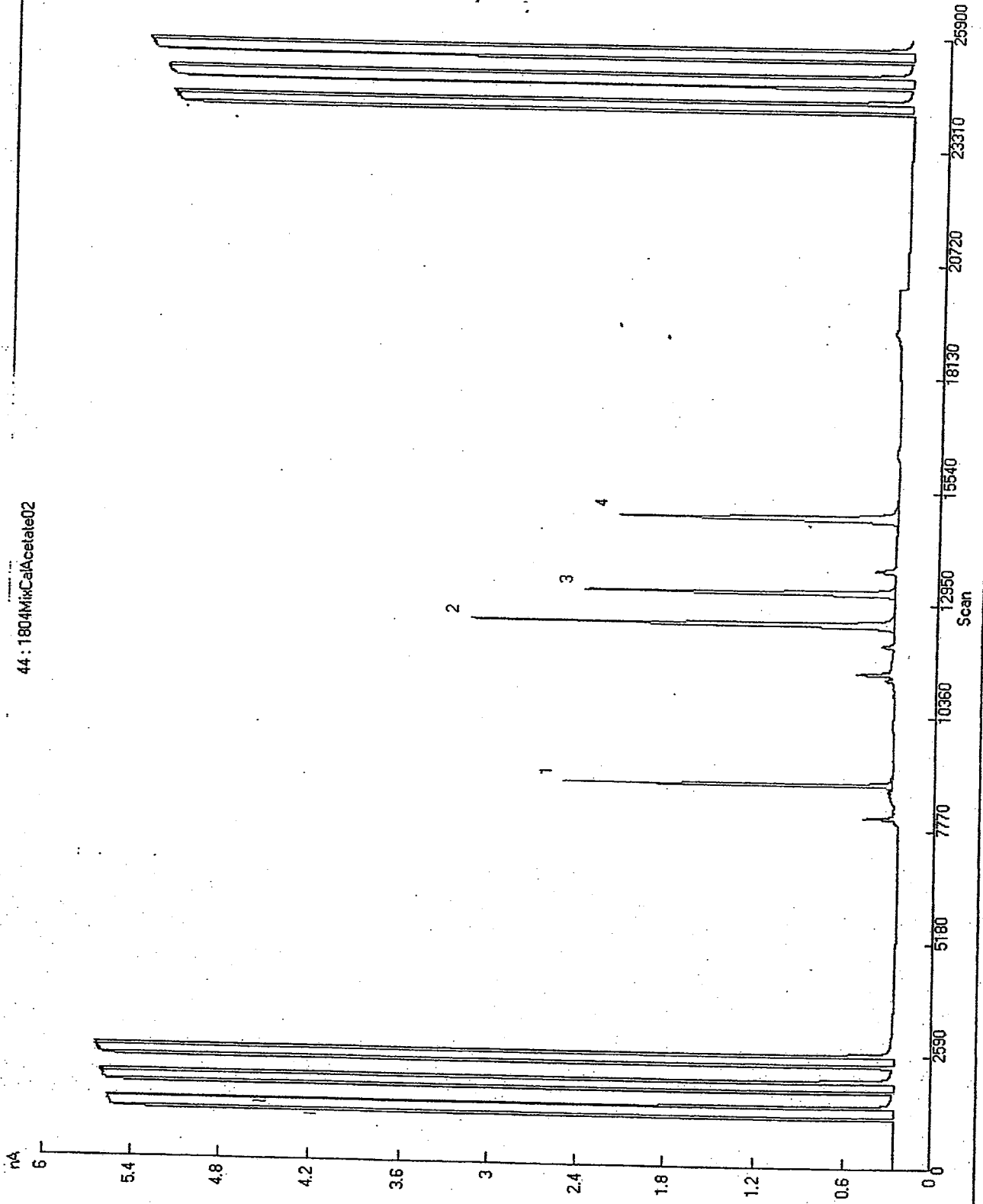
Mean: 1.1680E-02    3.8101E-03  
 Std Dev of fit (%): 0.01    0.21

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	880.6	2.22	1.0665E-08	1.1726E-02	3.92					
2	1249.1	2.87	2.1998E-08	1.1851E-02	14.66	-31.29	3.6986E-03	-29.19	-48.64	-19.29
3	1321.7	2.11	1.5542E-08	1.1698E-02	1.51	-20.23	3.6991E-03	-29.10	-48.58	-19.22
4	1494.5	1.88	1.8366E-08	1.1896E-02	18.51	-33.77	3.6983E-03	-29.32	-48.76	-19.41
						-16.25	3.6981E-03	-29.40	-48.88	-19.52

84

44: 1804MikCajAcetate02



85

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-FCR-06
		Version : F
		Date : 20/09/2006
		Page : 1/2
<b>FICHE D'ANALYSE / RESULTATS GC/C/IRMS</b>		

Echantillon :	A 993855	Instrument :	GC/C/IRMS Isoprime 2
Répertoire:	1804.spl	CO et paraphe:	49 

Valeur isotopique du réactif de dérivation: -52,69

COPIE CERTIFIÉE  
CONFORME DES DONNÉES  
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

**Fraction F1 (métabolites de la cortisone et du cortisol)**

	Blanc urinaire		Echantillon	
	SI	11 Kétoétio	SI	11 Kétoétio
Nom du fichier	1804Blu1F1	1804Blu1F1	1804855F1	1804855F1
tr (s)	881	1497	882	1498
trr	-	1,700	-	1,698
Intensité (nA)	2,0	2,6	2,2	2,5
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ mesurée	-30,76	-24,79	-30,72	-24,33
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ corrigée	-	-21,85	-	-21,34

**Fraction F2 (Kétos)**

	Blanc urinaire			Echantillon		
	SI	Etio	Andro	SI	Etio	Andro
Nom du fichier	1804Blu1F2	1804Blu1F2	1804Blu1F2	1804855F2	1804855F2	1804855F2
tr (s)	881	1251	1279	881	1252	1278
trr	-	1,420	1,451	-	1,421	1,451
Intensité (nA)	2,5	3,6	4,3	2,5	3,6	4,2
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ mesurée	-30,48	-25,41	-24,63	-30,29	-26,43	-26,13
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ corrigée	-	-22,54	-21,68	-	-23,67	-23,33

**Fraction F3 (Diols)**

	Blanc urinaire			
	SI	5 $\beta$ Adiol	5 $\alpha$ Adiol	5 $\beta$ Pdiol
Nom du fichier	1804Blu1F3	1804Blu1F3	1804Blu1F3	1804Blu1F3
tr (s)	882	1331	1361	1679
trr	-	1,510	1,544	1,904
Intensité (nA)	5,0	7,7	2,5	4,2
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ mesurée	-30,75	-27,42	-27,99	-26,64
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ corrigée	-	-22,10	-22,79	-21,68

	Echantillon			
	SI	5 $\beta$ Adiol	5 $\alpha$ Adiol	5 $\beta$ Pdiol
Nom du fichier	1804855F3-2	1804855F3-2	1804855F3-2	1804855F3-2
tr (s)	883	1328	1364	1675
trr	-	1,504	1,544	1,897
Intensité (nA)	3,5	3,6	2,4	2,1
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ mesurée	-30,66	-30,38	-30,82	-26,57
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ corrigée	-	-25,68	-26,22	-21,59

86

<b>LNDD</b>	<b>ENREGISTREMENT</b>	Codification : E-FCR-06
		Version : F
		Date : 20/09/2006
		Page : 2/2
<b>FICHE D'ANALYSE / RESULTATS GC/C/IRMS</b>		

	valeur de référence d'une population témoin		Echantillon dans les normes	
	$\delta^{13}\text{C} \text{‰}$ haute	$\delta^{13}\text{C} \text{‰}$ basse	oui	non
11 Kétoétio	-17,58	-26,27	✓	
Etio	-19,56	-26,10	✓	
Andro	-18,43	-25,02	✓	
5 $\beta$ Adiol	-18,55	-26,97	✓	
5 $\alpha$ Adiol	-18,59	-27,40	✓	
5 $\beta$ Pdiol	-18,25	-25,55	✓	

	Blu	Echantillon		
	$\Delta \text{‰}$	$\Delta \text{‰} + 0,8 \text{‰}$	$\Delta \text{‰}$	$\Delta \text{‰} - 0,8 \text{‰}$
Etio - 11 Kétoétio	-0,69	-1,52	-2,32	-3,12
Andro - 11 Kétoétio	0,18	-1,19	-1,99	-2,79
5 $\beta$ Adiol - 5 $\beta$ Pdiol	-0,42	-3,29	-4,09	-4,89
5 $\alpha$ Adiol - 5 $\beta$ Pdiol	-1,11	-3,82	-4,62	-5,42

Seuil de positivité de l'AMA:  $\delta^{13}\text{C} \text{‰}(\text{métabolite}) - \delta^{13}\text{C} \text{‰}(\text{composé endogène de référence}) > 3 \text{‰}$   
 $\delta^{13}\text{C}$  du composé  $< -28 \text{‰}$

Variation maximale admissible liée à la méthode: +/- 0,8‰


COPIE CERTIFIÉE  
 CONFORME DES DONNÉES  
 ET FORMULAIRES ORIGINAUX

**Conclusion**

L'analyse par spectrométrie de masse de rapport isotopique (EC 31) indique une origine exogène des métabolites de la Testostérone, cohérente avec une prise de Testostérone ou de l'un de ses précurseurs.

L'origine exogène des métabolites de la Testostérone a été objectivée sur la base d'un appauvrissement isotopique de 4,1‰, 4,6‰, respectivement pour les métabolites 5 $\beta$ -androstane diol et 5 $\alpha$ -androstane diol

Partie à remplir par le responsable

Date et Paraphe du responsable: 18/04/07 

Observations:

Ecart(s) n° :

Cet enregistrement est à mettre dans le dossier de confirmation

87





agence française de lutte contre le dopage  
Département des Analyses

Châtenay-Malabry, le 23 avril 2007

30208

## RAPPORT D'ANALYSE N° 4

*Demande d'analyse de l'USADA du 13/04/2007*

**Nom du Préleveur :**

Sport : USADA  
Épreuve et lieu : Réanalyse  
Date : 16/04/2007

**Réception de(s) l'échantillon(s) d'urine :**

Date : 16/04/2007  
Type de matériel : Berlinger  
Nombre d'échantillon(s) : 1 (sur 10 échantillons reçus)  
Référence de(s) l'échantillon(s) : 993855

COPIE CERTIFIÉE  
CONFORME DES DONNÉES  
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

*Résultats (Cf référentiels en vigueur : AMA 2007)*

Date de début des analyses : 16/04/2007

**Méthodes d'analyses utilisées :** Chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse et chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse de rapport isotopique.

**Conclusions :** ( $pH = 5,3$   $d = 1.031 \pm 0.001$ )

L'analyse par spectrométrie de masse de rapport isotopique indique une origine exogène des métabolites de la Testostérone, cohérente avec une prise de Testostérone ou de l'un de ses précurseurs.

L'origine exogène des métabolites de la Testostérone a été objectivée sur la base d'un appauvrissement isotopique de 4.1 ‰, 4.6 ‰ respectivement pour les métabolites 5 $\beta$ -Androstanediol et 5 $\alpha$ -Androstanediol.

**Résultat exprimé par rapport au critère suivant :**

- Appauvrissement isotopique > à 3 ‰ (variation maximale admissible appliquée au laboratoire = 0.8‰)

J. de CEARRIZ  
Directeur

**Destinataire :**

- USADA - T. Tygart (1330 quail lake loop - suite 260 Colorado Springs - CO 80906 - USA)

**Copie :**

- Union Cycliste Internationale - A. GRIPPER (CH 1860 AIGLE - SUISSE)

Le laboratoire n'est pas responsable du prélèvement des échantillons. La reproduction de ce rapport d'analyse n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il est confidentiel et comporte 4 page(s).

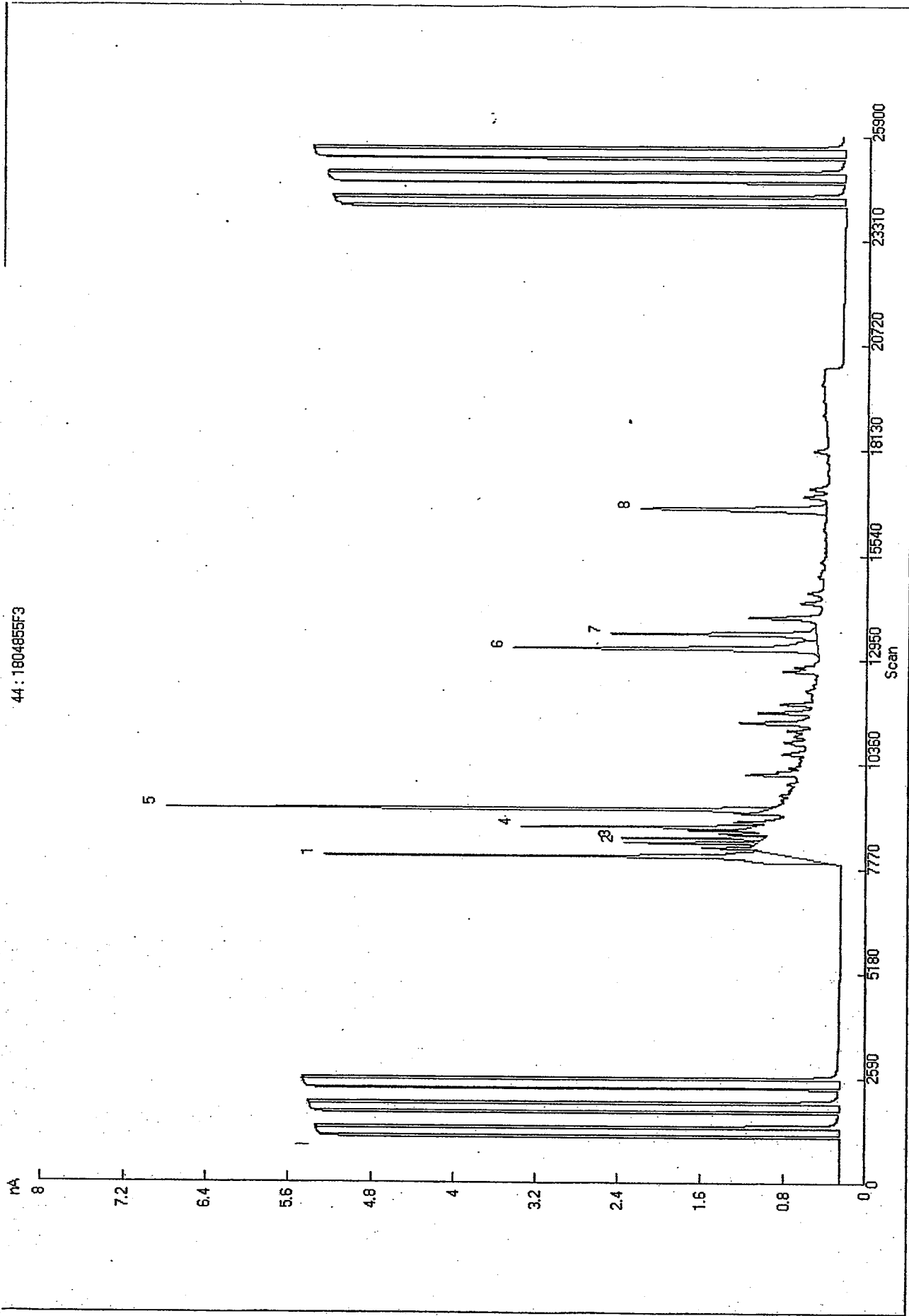
88

1/1





44: 1804855F3



89

# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 1804855F3.raw	Acquisition Date: 18/4/07 13:02
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 1804.spl	Injection Volume: 30
Line: 9	Bottle:
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: A 993855 F3/40ul	

Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2      Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
Elemental delta						
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:		
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.63	PDB		
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB		

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	5.08	127.7	1.1679E-02	3.8123E-03
2	5.13	187.6	1.1679E-02	3.8112E-03
3	5.19	247.8	1.1680E-02	3.8099E-03
12	4.94	2427.7	1.1680E-02	3.8091E-03
13	5.01	2487.6	1.1680E-02	3.8114E-03
14	5.14	2547.7	1.1680E-02	3.8120E-03

Mean: 1.1680E-02    3.8110E-03  
 Std Dev of fit (%): 0.03    0.36

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	809.2	4.55	3.6870E-08	1.1751E-02	6.12	-29.02	3.7002E-03	-29.09	-48.55	-19.19
2	842.0	1.26	5.4234E-09	1.1768E-02	7.59	-27.51	3.7001E-03	-29.11	-48.58	-19.22
3	853.8	1.36	5.7595E-09	1.1699E-02	1.69	-33.60	3.7002E-03	-29.09	-48.54	-19.18
4	880.0	2.23	1.0390E-08	1.1732E-02	4.48	-30.71	3.6995E-03	-29.25	-48.71	-19.35
5	925.8	5.81	3.0084E-08	1.1684E-02	0.35	-34.97	3.6995E-03	-29.26	-48.71	-19.35
6	932.0	2.95	2.7632E-08	1.1737E-02	4.94	-30.22	3.6978E-03	-29.69	-49.14	-19.80
7	939.0	1.98	1.5666E-08	1.1727E-02	4.02	-31.12	3.6973E-03	-29.81	-49.26	-19.92
8	967.4	1.79	1.7858E-08	1.1780E-02	8.60	-26.43	3.6958E-03	-30.20	-49.64	-20.32

90